



## Détermination de la porosité et du retrait au cours du frittage naturel non réactif des produits granulaires

Souhir MANKAI<sup>1</sup>, Jamel MADIOULI<sup>1,2</sup>, Jalila SGHAIER<sup>1</sup>, Didier LECOMTE<sup>3,4</sup>

<sup>1</sup>Unité Thermique et Thermodynamique des Procédés Industriels, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir (ENIM), 5019 Monastir, Tunisie

<sup>2</sup>Département de génie mécanique, Faculté des Ingénieurs King Khaled, Abha, Arabie Saoudite

<sup>3</sup>Université Fédérale de Toulouse Midi-Pyrénées, Mines Albi, UMR CNRS 5302, Centre RAPSODEE, Campus Jarlard, F-81013 Albi CT Cedex 09, France.

<sup>4</sup>Institute of Technology of Cambodia, PO Box 86, Russian Confederation Blvd, Phnom Penh, Cambodia.

*souhirmankai@yahoo.fr, jamel\_mad@yahoo.fr, jalila.sghaier@enim.rnu.tn, didier.lecomte@itc.edu.kh*

**Résumé :** Dans ce travail, une simulation numérique du frittage naturel non-réactif d'un produit granulaire est présentée. Le modèle développé est basé sur les équations de conservation de masse, de chaleur et de quantité de mouvement.

La méthode de résolution numérique adoptée est la méthode des éléments finis. La formulation arbitraire Lagrange-Eulérien ALE est utilisée pour résoudre le problème. Cette simulation a permis de prédire l'évolution de la distribution spatiale et temporelle du retrait et de la porosité durant le processus de frittage. La validation de cette simulation a été réalisée en utilisant des résultats expérimentaux de la littérature avec l'alumine. Des tests de sensibilité concernant l'effet de la vitesse de chauffe sont réalisés.

**Mots clés :** frittage, modélisation, simulation, alumine, porosité, retrait.

### 1. Introduction

Le frittage est un procédé de fabrication de pièces consistant à consolider un agglomérat de poudres sous l'effet de la chaleur sans atteindre le point de fusion. Ce processus est utilisé dans plusieurs domaines tels que les implants dentaires [1], la fabrication des combustibles [2], les catalyseurs [3], ...

Le phénomène majeur présent au cours du frittage est la diffusion à l'état solide qui se fait à travers les différentes interfaces de la particule qui sont la surface, le joint de grains, le volume et le transport gazeux. Le frittage est considéré comme un processus complexe qui peut être influencé par plusieurs facteurs tels que la température, le temps de frittage, la pression et la composition atmosphérique. Ces paramètres provoquent souvent un changement de surface et de volume (appelé aussi retrait) et déterminent les propriétés finales du produit fritté telles que la densité et la porosité [4,5].

Dans la littérature, plusieurs auteurs se sont intéressés à la détermination du retrait et de la porosité qui sont des paramètres clés du frittage. Leurs travaux étant variés, allant des approches expérimentales aux modèles analytiques et numériques. Frenkel [6] et Kuczynski [7] ont proposé un modèle analytique à deux sphères pour étudier les mécanismes de croissance du cou et le retrait pendant les premiers stades de frittage (liaison de particules). McKenzie et al [8] a développé un modèle phénoménologique à pores sphériques pendant le dernier stade du frittage pour étudier la densité durant le frittage d'un mono composant.

Schoenberg et al [9] a comparé les résultats des contraintes et des déformations obtenus par calcul analytique avec ceux obtenus à partir de la simulation par la méthode des éléments finis pour un composant cylindrique de titanate de baryum constitué d'une couche de faible densité sur l'extrémité supérieure et d'une couche de forte densité sur l'extrémité inférieure. Le modèle linéaire visqueux utilise comme paramètres le retrait déterminé à partir de l'expérience, la viscosité et les propriétés élastiques du titanate de baryum.

Ou et al [10] a étudié le comportement du frittage par des expériences de dilatométrie et des essais de flexion-frittage d'un micro composant bi-matériaux (composé de cuivre et d'acier inoxydable 316L). En plus de cette étude expérimentale, il a déterminé le retrait et la densité relative par une simulation numérique se basant sur un modèle thermo-élasto-viscolastique pour différentes vitesses de chauffe et différentes charges en volume de

poudre. Les paramètres du modèle sont ajustés aux données extraites des expériences spécifiques du frittage en utilisant la méthode inverse.

Certainement, la modélisation permet d'optimiser, de mieux comprendre le processus de frittage et d'améliorer la qualité des produits frittés. La modélisation du frittage est l'un des problèmes les plus difficiles dans le domaine de modélisation des matériaux. Donc, une bonne formulation du problème physique s'avère indispensable. Dans ce contexte, l'objectif de ce travail est la modélisation du frittage naturel non-réactif de l'alumine et la simulation de ce modèle en utilisant la méthode des éléments finis. Dans un premier temps, on a introduit les équations constitutives décrivant le comportement de ce matériau au cours du frittage. Ensuite, on a présenté et analysé les résultats du retrait et de la porosité obtenus à partir de la simulation numérique. Ce modèle est validé en comparant nos résultats numériques avec des résultats expérimentaux de la littérature.

## 2. Modélisation théorique

Un modèle mathématique macroscopique permettant de décrire trois phénomènes couplés qui sont : le transfert de chaleur, le transfert de masse et transfert de quantité de mouvement durant le frittage de l'alumine est présenté.

Les équations gouvernant le problème sont établies en supposant que :

1. L'alumine est un milieu isotrope et homogène
2. L'alumine est considéré comme un produit thermo-élasto-viscoplastique.

L'état du milieu est décrit par la porosité totale  $\phi$ , la vitesse du solide  $\vec{v}_s$  et la température  $T$ .

### 2.1. Equation de conservation de la masse

L'équation de conservation de la masse est :

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \text{div}(\rho \vec{v}_s) = 0 \quad (1)$$

Avec  $\vec{v}_s$  est la vitesse intrinsèque du solide et  $\rho$  est la masse volumique totale du solide qui est liée à la masse volumique intrinsèque du solide  $\rho_s$  par la porosité totale  $\phi$ :

$$\rho = \rho_s \cdot (1 - \phi) \quad (2)$$

En combinant les équations (1) et (2) **Error! Reference source not found.**, on obtient :

$$\frac{\partial \phi}{\partial t} - \text{div}((1 - \phi) \vec{v}_s) \quad (3)$$

### 2.2. Equation de conservation de l'énergie

En absence d'une source de chaleur, l'équation décrivant la conservation d'énergie s'écrit comme suit :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} + \rho C_p \vec{v}_s \overrightarrow{\text{grad}}(T) - \text{div}(k_T \overrightarrow{\text{grad}}(T)) = 0 \quad (4)$$

Avec  $C_p$  et  $k_T$  sont respectivement la chaleur spécifique et la conductivité thermique du produit.

### 2.3. Equation de conservation de la quantité de mouvement

En considérant les hypothèses suivantes :

- Le processus de frittage est considéré comme quasi-statique.
- Les termes inertiels sont ignorés.
- L'effet de la gravité est insignifiant et donc négligeable.
- La phase solide est supposée incompressible.

L'équation de conservation de la quantité de mouvement s'écrit :

$$\text{div}(\vec{\sigma}) = 0 \quad (5)$$

Le comportement mécanique de l'alumine est considéré comme thermo-élasto-viscoplastique. Ainsi, le taux de déformation  $\dot{\epsilon}$  peut se décomposer en trois parties : un taux de déformation élastique linéaire  $\dot{\epsilon}_e$ , un taux de déformation thermique  $\dot{\epsilon}_{th}$  et un taux de déformation viscoplastique  $\dot{\epsilon}_{vp}$ . Ces trois contributions sont reliées par l'équation suivante :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_e + \dot{\epsilon}_{th} + \dot{\epsilon}_{vp} \quad (6)$$

Dans ce qui suit, on va donner l'expression de chaque déformation présentée dans l'équation (6).

### 2.3.1. Déformation élastique

La relation qui relie le taux de déformation élastique au taux de contrainte est :

$$\dot{\epsilon}_{el} = C_{el} \dot{\sigma} \quad (7)$$

Avec  $C_e$  est l'inverse de la matrice d'élasticité et  $\dot{\sigma}$  est le taux de contrainte. On peut écrire aussi :

$$\bar{\sigma} = D \bar{\epsilon}_{el} \quad (8)$$

Où  $D$  est la matrice d'élasticité.

Le tenseur de contrainte élastique  $\bar{\sigma}$  s'exprime de la façon suivante :

$$\bar{\sigma} = E \bar{\epsilon} = \lambda \text{tr}(\bar{\epsilon}) \underline{I} + 2\mu \bar{\epsilon} \quad (9)$$

Avec  $\lambda$  et  $\mu$  sont les coefficients de Lamé reliés au module d'Young  $E$  et au coefficient de poisson  $\nu$  par les deux relations suivantes :

$$\lambda = \frac{\nu E}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \quad (10)$$

$$\mu = \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad (11)$$

### 2.3.2. Déformation thermique

Le taux de déformation thermique est donné par la relation :

$$\dot{\epsilon}_{th} = \alpha \Delta \dot{T} \underline{I} \quad (12)$$

Avec  $\alpha$  est le coefficient de dilatation thermique

$\Delta T = (T - T_{réf})$ , où  $T$  est la température du produit et  $T_{réf}$  est la température de référence.

### 2.3.2. Déformation viscoplastique

Dans le cas général, la relation qui relie le taux de déformation viscoplastique  $\dot{\epsilon}_{vp}$  au tenseur de contrainte est donnée par l'expression suivante [11] :

$$\sigma_{ij} = \frac{\sigma(W)}{W} \left[ \varphi \dot{\epsilon}_{ij} + \left( \psi - \frac{1}{3} \varphi \right) \dot{\epsilon} \delta_{ij} \right] + P_L \delta_{ij} \quad (13)$$

Avec :

- $\sigma_{ij}$  sont les contraintes extérieures appliquées sur le produit.
- $\frac{\sigma(W)}{W}$  présente la viscosité généralisée : elle correspond aux propriétés constitutives des particules du matériau.
- $\dot{\epsilon}_{ij}$  est le taux de déformation viscoplastique.
- $\dot{\epsilon}$  est le taux de déformation volumique.
- $\varphi$  et  $\psi$  sont respectivement le module de cisaillement et le module de compressibilité.
- $P_L$  est la contrainte de frittage effective. Elle correspond à la force motrice de densification du produit. Elle dépend de la surface de tension, de la densité relative, de la taille et de la forme de la particule ainsi qu'à la taille des pores qui varie avec l'évolution microstructurale durant le frittage.

La contrainte du frittage effective s'écrit donc sous la forme suivante :

$$P_L = \frac{3}{2} \frac{\alpha_s}{r_0} (1 - \phi)^2 \quad (14)$$

Avec

- $\alpha_s$  est la surface de tension.
- $r_0$  est le rayon de la particule.

Pour le cas du frittage naturel, on a :

$$\sigma_{ij} = 0 \quad (15)$$

$$\sigma(W) = 2\eta_0 W \quad (16)$$

Avec  $\eta_0$  est la viscosité de cisaillement pour un matériau dense.

En remplaçant les équations (14), (15) et (16) dans l'équation (13), on obtient :

$$2\eta_0 \left[ \varphi \dot{\varepsilon}_{ij} + \left( \psi - \frac{1}{3} \varphi \right) \dot{\varepsilon} \delta_{ij} \right] + P_L \delta_{ij} = 0 \quad (17)$$

En considérant que le module de cisaillement et de compressibilité s'écrivent de la façon suivante [12] :

$$\varphi = (1 - \phi)^2 \quad (18)$$

$$\psi = \frac{2(1 - \phi)^3}{3\phi} \quad (19)$$

Et puisque le taux de déformation volumique est :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\phi}}{1 - \phi} \quad (20)$$

Donc, en combinant l'équation (17), (18), (19) et (20), on obtient :

$$\dot{\varepsilon}_{ij} = \left( \frac{3\phi - 2}{3\phi} \right) \frac{\dot{\phi}}{1 - \phi} - \frac{3\alpha_s}{4r_0\eta_0} (1 - \phi)^2 \quad (21)$$

### 2.3.2. Tenseur de déformation

Pour fermer le système d'équations, la déformation totale, qui est supposée être infinitésimale, est exprimée en fonction du vecteur de déplacement comme suit :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} (\overrightarrow{grad} \vec{U} + \overrightarrow{grad} \vec{U}^t) \quad (22)$$

Avec  $U$  est le vecteur de déplacement.

La vitesse intrinsèque du solide  $\vec{v}_s$  est liée au vecteur de déplacement comme suit :

$$\vec{v}_s = \frac{d\vec{U}}{dt} \quad (23)$$

## 2.4. Conditions initiales-Conditions aux limites

Les conditions initiales du milieu en termes de porosité, température et vitesse intrinsèque du solide sont :

A  $t = 0$ ,  $\phi = \phi_0$ ,  $T = T_0$ ,  $\vec{v}_s = \vec{v}_{s0}$

Les conditions aux limites associées aux équations (3), (4) et (5) sont exprimées par :

- A la surface de symétrie ( $r = 0$ ):

$$\vec{U} \cdot \vec{n} = 0 \quad (24)$$

$$\left( -k_T \overrightarrow{grad}(T) \right) \cdot \vec{n} = 0 \quad (25)$$

- A la surface ( $r = R$ ):
- Les pertes thermiques par rayonnement sont :

$$\vec{q}_r = \varepsilon_r \zeta (T_{sf}^4 - T_{amb}^4) \quad (26)$$

Avec  $\zeta$  est la constante de Stefan Boltzmann,  $\varepsilon_r$  est l'émissivité de l'alumine,  $T_{sf}$  est la température à la surface de l'échantillon et  $T_{amb}$  est la température ambiante.

- Les pertes thermiques par convection sont :

$$\vec{q}_c = h(T_{sf} - T_{amb}) \quad (27)$$

Avec h est le coefficient d'échange convectif.

• A la surface ( $z = 0$ ) et ( $z = L$ ) :

$$T = T_{cycle} \quad (28)$$

Avec  $T_{cycle}$  est la température du cycle thermique imposé par Falamaki et al [15] lors des expériences effectuées dans le dilatomètre pour la mesure du retrait et dans l'ASTM C373-88 pour la mesure de la porosité. Ce cycle est présenté dans la figure 1.

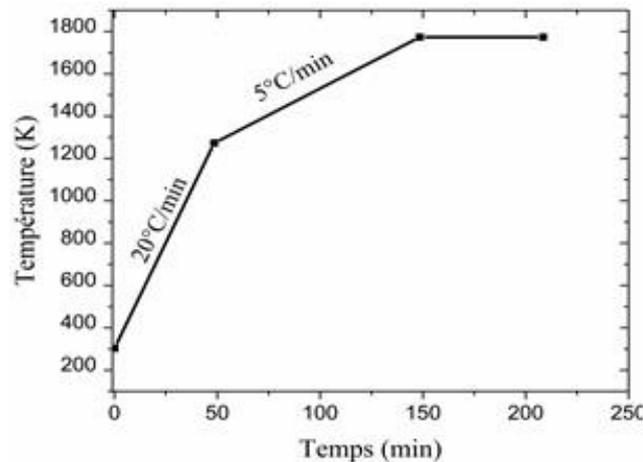


Figure 1 : Cycle thermique de l'alumine utilisé dans les expériences de Falamaki et al [15]

### 3. Résolution numérique

Les équations (3), (4) et (5), associées aux conditions aux limites, sont résolues afin de déterminer les trois variables du problème  $\phi$ ,  $T$  et  $\vec{v}_s$ . Le modèle est implémenté dans un solveur numérique utilisant la méthode des éléments finis. La formulation Arbitraire Lagrange-Eulerian (ALE) a été utilisée pour résoudre le problème avec le maillage mobile ; ceci nous permet de considérer que le produit se rétrécit durant le processus de frittage comme le cas de la présente étude.

Le modèle de frittage est appliqué à une configuration bidimensionnelle. Le diamètre et la longueur du produit sont respectivement 0.02m et 0.01m. Par raison de symétrie et en considérant les conditions aux limites, la simulation est faite sur une moitié du domaine comme illustré dans la figure 2.

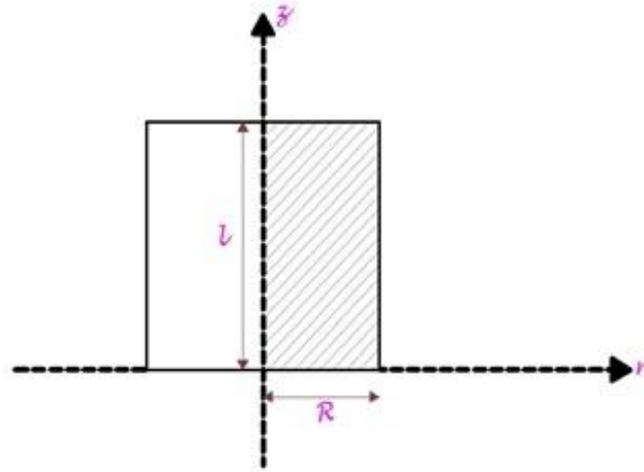


Figure 2 : Représentation schématique de la configuration géométrique

Les propriétés physiques et mécaniques injectées dans le modèles sont résumées dans le tableau 1.

Tableau 1 : Propriétés de l'alumine utilisées dans la simulation numérique

Propriétés	Valeur
$k_T$ (W/m.K) [13]	$\left( \frac{6.51813304 * 10^7 + T}{-6.696288 * 10^5 + 8.17585 * 10^2 T} \right) (1 - 1.5\phi - 0.5\phi^2)$
$\rho_s$ (kg/m <sup>3</sup> )	4000
$\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\rho_s(1 - \phi)$
$C_p$ (J/kg.K) [13]	$\left( \frac{777.025T}{249.4 + T} + \frac{790.15T}{249 + T} + 0.008T \right) (1 - \phi)$
$\alpha$ (1/K) [14]	$-5.494 * 10^{-4} + 4.504 * 10^{-7} * T - 8.682 * 10^{-11} T^2$
$E$ (GPa) [13]	$(300 + 20 * \phi - 40 * \phi * (1 - \phi))$
$\nu$ (-) [13]	0.22
$\xi$ (W/m <sup>2</sup> . K <sup>4</sup> )	$5.67 * 10^{-8}$
$\epsilon_r$ (-)	0.8
$\alpha_s$ (N/m) [13]	1.12
$r_0$ ( $\mu m$ ) [15]	80
$\eta_0$ (N.s/m <sup>2</sup> )	1
Conditions initiales	
$\phi_0$	0.51

(-) [15]	
$T_0$ (K)	303.15
$\vec{v}_{s0}$ (m/s)	0

#### 4. Résultats et discussions

Le modèle développé est appliqué pour étudier numériquement le comportement de l'alumine fritté jusqu'à la température de 1500°C.

L'évolution du retrait et de la porosité en fonction de la température sont présentée dans la figure 3 et la figure 4. On remarque qu'au début de frittage, le retrait est minimal et la porosité décroît très lentement. Ensuite, une zone de transition (à partir des températures de frittage égales à 1625°C) est observée : Dans cette zone de transition, le processus de densification subit une accélération et le retrait et la porosité sont significatifs (permettant d'adhérer les particules ensemble et de développer la formation de col entre eux).

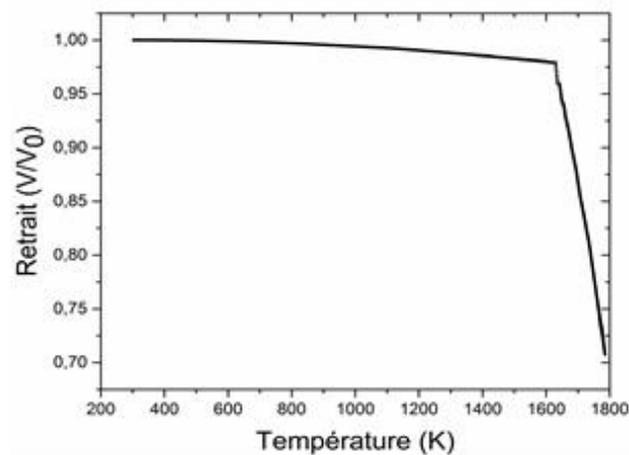


Figure 3 : Retrait de l'alumine au cours du frittage naturel non réactif en fonction de la température

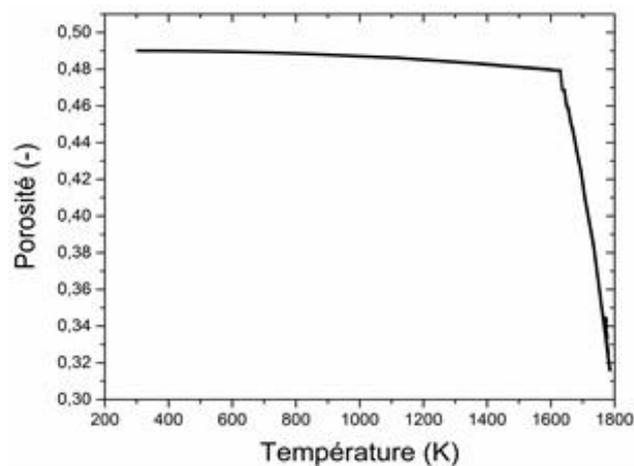


Figure 4 : Evolution de la porosité en fonction de la température au cours du frittage naturel non réactif

##### 4.1. Validation du modèle

Dans le but de valider le modèle proposé, une comparaison entre nos résultats numériques et les résultats expérimentaux de Falamaki et al [15] pour le retrait et la porosité au cours du frittage naturel non-réactif de l'alumine sont présentés. Le matériau est de 0.01m de rayon et de 0.004m de hauteur. La figure 5 présente les courbes du retrait en fonction de la température pour l'alumine obtenues numériquement et expérimentalement par Falamaki et al [15]. On remarque que ces résultats sont en bon accord.

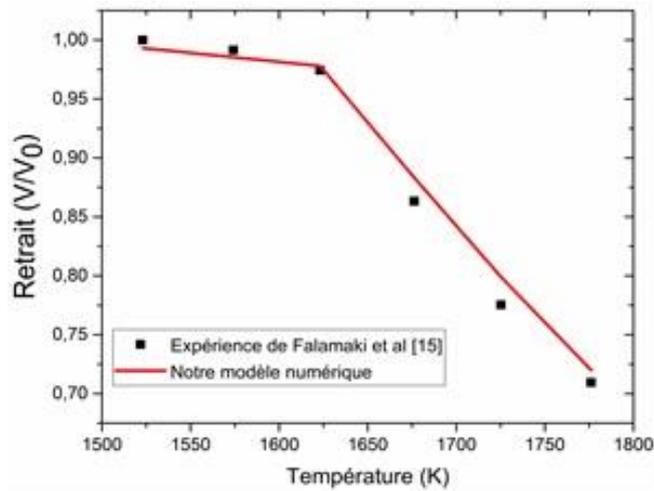


Figure 5 : Comparaison du retrait numérique avec le retrait expérimental de Falamaki et al [15] pour le frittage naturel non réactif de l'alumine

Pour la figure 6, on remarque que la courbe de la porosité déterminée numériquement a la même allure que celle obtenue par l'expérience de Falamaki et al [15].

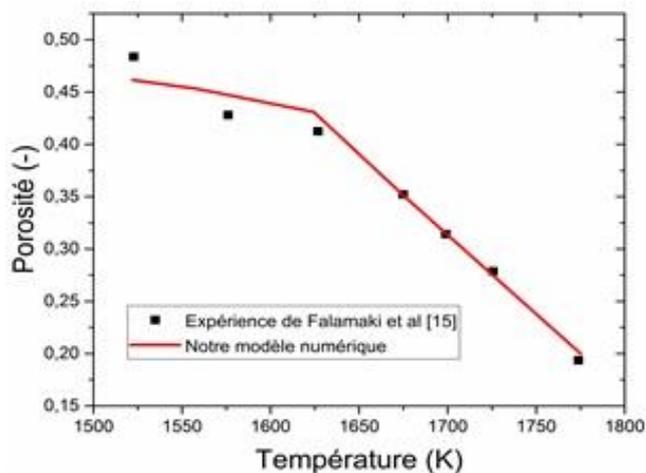


Figure 6 : Comparaison de la porosité numérique avec la porosité expérimentale de Falamaki et al [15] pour le frittage naturel non réactif de l'alumine

Pour les deux figures (Figure 5 et Figure 6), une légère différence est observée entre les résultats numériques et ceux donnés par Falamaki et al [15], cette différence est peut-être due à la connaissance non exacte de quelques caractéristiques thermo-physiques.

On peut donc conclure que notre modèle est validé.

#### 4.2. Tests de sensibilité

La connaissance de l'effet des paramètres ayant un impact significatif sur le comportement du frittage permet de faciliter l'opération du frittage. Pour analyser l'effet de la vitesse de chauffe sur le processus de frittage, on présente, dans la figure 7, l'évolution du retrait en fonction du temps pour trois valeurs de vitesse de chauffe

(10°C/min, 20°C/min et 30°C/min). On remarque que, en augmentant la vitesse de chauffe, le temps de frittage diminue et que la vitesse de chauffe influence le temps de densification du premier palier de frittage et affecte légèrement la valeur finale du retrait.

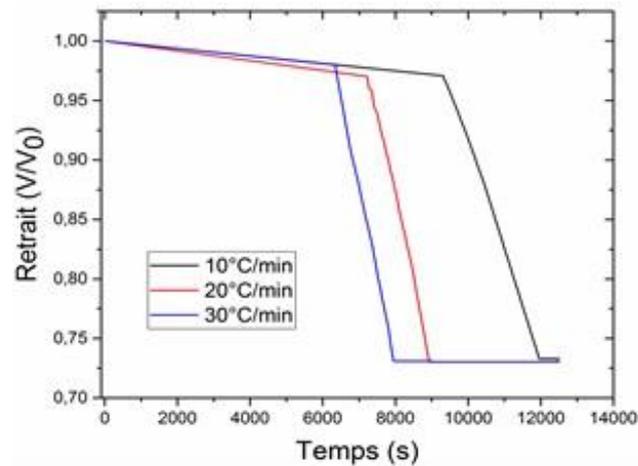


Figure 7 : Effet de la vitesse de chauffe sur le retrait au cours du frittage naturel non réactif de l'alumine

## Conclusion

Dans cette étude, un modèle théorique basé sur les équations de transferts de masse, de chaleur et de quantité de mouvement permettant de décrire le comportement thermo-mécanique d'un produit granulaire durant le frittage naturel non- réactif de l'alumine est présenté. Le modèle a permis de déterminer le profil du retrait et de la porosité au cours du frittage. Par confrontation des résultats numériques obtenus avec des travaux expérimentaux de Falamaki et al [15], notre modèle développé est validé.

Cette étude a montré que la porosité est le paramètre clé de la modélisation des différents mécanismes et des transferts au cours du processus de frittage et que la vitesse de chauffe est un facteur significatif qui affecte de façon très importante ce processus.

## Nomenclature

Symbole	Nom, unité	Symboles grecs
V	volume, $m^3$	$\rho$ masse volumique totale, $m^3/kg$
T	température, $K$	$\phi$ porosité totale
v	vitesse, $m^2/s$	$\varepsilon$ déformation, -
E	module de Young, $Pa$	$\sigma$ contrainte, $Pa$
h	coefficient de transfert de chaleur par convection, $w/m^2$	$\alpha$ coefficient de dilatation thermique, $1/K$
U	déplacement, $m$	$\nu$ coefficient de Poisson, -
$r_0$	rayon de la particule, $m$	$\varepsilon_r$ émissivité, -
$P_L$	contrainte de frittage effective, $Pa$	$\xi$ constante de Boltzmann, $W/m^2.K^{-4}$
R	rayon, $m$	$\alpha_s$ tension de surface, $N/m$
L	longueur, $m$	$\lambda, \mu$ coefficients de Lamé, $Pa$
$C_p$	chaleur spécifique, $J/kg.K$	$\varphi$ module de cisaillement, -
$K_T$	conductivité thermique, $W/m.K$	$\psi$ module de compressibilité, -
		Indices
		0 initial
		s solide
		sf surface
		amb ambiante
		réf référence

## Références

- [1] A. Guidara, K. Chaari, J. Bouaziz, Elaboration and characterization of alumina-fluorapatite composites, *Journal of Biomaterials and Nanobiotechnology*, Volume 2, Pages 103-113, 2011.
- [2] A. Singh, S. Dash, M. Kamruddin, P.K. Ajikumar, A.K Tyagi, V.S. Raghunathan, Formation of nanocrystalline calcia by the decomposition of calcite, *Journal of the American Ceramic Society*, Volume 85, Pages 927-932, 2002.
- [3] S. Martin, Contribution à la modélisation du frittage en phase solide, *Ph.D Thesis, Université de Technologie Compiègne*, France, 2014.
- [4] M. Chmielewski, D.Kalinski, K.Pietrzak, W.Wlosinski, Relationship between mixing conditions and properties of sintered 20ALN/80Cu composite materials, *Archives of Metallurgy and Materials*, volume 55, pages 579-585, 2010.
- [5] D.Kalinski, M. Chmielewski, K.Pietrzak, An influence of mechanical mixing and hot-pressing on properties of NiAl/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite, *Archives of Metallurgy and Materials*, volume 57, pages 694-702, 2012.
- [6] J. Frenkel, Viscous flow of crystalline bodies under the action of surface tension, *Journal of physics*, Volume 9, Pages 385-391, 1945
- [7] G.C.Kuczynski, Self-diffusion in sintering of metallic particles, *Materials Transactions*, Volume 185, Pages 169-178, 1949.
- [8] J.K. McKenzie, R. Shuttleworth, Aphenomenological theory of sintering, *Proceedings of the physical society*, Volume 62, Pages 833-852, 1949
- [9] H.Ou, M.Sahli, J.C. Gelin, T. Barrière, Experimental analysis and finite element simulation of the co-sintering of bi-material components, *Powder Technology*, Volume 268, Pages 269-278, 2014.
- [10] S.E.Schoenberg, D.J.Green, A.E.Segall, G.L.Messing, A.S.Grader, P.M.Halleck, Stress and distorsion due to green density gradients during densification, *Journal of American Society*, Volume 89, Pages 3027-3033, 2006.
- [11] E.A.Olevsky, Theory of sintering: from discrete to continuum, *Materials Science and Engineering*, Volume 23, Pages 41–100, 1998.
- [12] V.V.Skorhod, E.A. Olevsky, M.B.Shtern, Continuum theory of sintering.I. Phenomenological model. Analysys of the effect of external forces on the kinetics of sintering, *Powder Metallurgy and Metals Ceramics*, Volume 32, Pages 21-26.
- [13] D.Guintini, E.A.Olevsky, C.GARCIA-Cardona, A. L. Maximenko, M.S. Yurlova, C.D.Haines, D.G.Martin, D.Kapoor, Localized overheating phenomena and optimization of Spark Plasma Sintering tooling design, *Materials*, Volume 6, Pages 2612-2632, 2013.
- [14] C.Wang, L.Cheng, Z.Zhao, FEM analysis of the temperature and stress distribution in Spark Plasma Sintering: Modelling and experimental validation, *Computational Materials Science*, Volume 49, Pages 351-362, 2010
- [15] C. Falamaki, M.S. Afarani, A. Aghaie, Initial sintering stage pore growth mechanism applied to the manufacture of ceramic membrane supports, *Journal of the European Ceramic Society*, Volume 24, Pages 2285-2292, 2004.