

나노 세라믹 분말의 고온 치밀화와 결정립 성장의 해석

김 흥 기* · 김 기 태**

Analysis for Densification Behavior and Grain Growth of Nanocrystalline Ceramic Powder under High Temperature

HongGee Kim and KiTae Kim

Key Words : Nanocrystalline Ceramic Powder(나노 세라믹 분말), Densification(치밀화), Grain Growth(결정립 성장), Pressureless Sintering(상압 소결), Sinter Forging(일축 압축 소결), Hot Pressing(금형 압축 소결), Constitutive Model(구성 모델), Finite Element Analysis(유한요소해석)

Abstract

Densification, grain growth, and phase transformation of nanocrystalline ceramic powder were investigated under pressureless sintering, sinter forging, and hot pressing. A constitutive model for densification of nanocrystalline ceramic powder was proposed and implemented into a finite element program (ABAQUS). A grain growth model was also proposed by including the effect of applied stress on grain growth when phase transformation occurs. Finite element results by using the proposed models well predicted densification behavior, deformation, and grain growth of nanocrystalline titania powder during pressureless sintering, sinter forging, and hot pressing.

1. 서 론

일반적으로 나노 세라믹(nanocrystalline ceramic)은 결정립 크기가 100 nm 이하인 세라믹을 말한다. 나노 세라믹은 1980년 이후부터 활발히 연구되어 오고 있는 분야이며 결정립 크기가 작으므로 일반적인 마이크론 크기의 결정립을 갖는 세라믹에 비해 강도, 경도, 확산, 연성과 인성의 증가 및 밀도, 탄성계수와 열전도도 감소 등의 여러 장점과 차이점을 갖고 있다.^(1,2) 나노 세라믹 분말을 이용해서 우수한 물성을 갖는 부품을 정밀 정형하기 위해서는 고온에서 결정립 성장과 치밀화 거동에 대한 다양한 실험과 이를 예측할 수 있는 구성 모델에 의한 이론적 연구가 필요하지만 아직까지 많은 연구가 수행되고 있지 않은 형편이다.

Averback 등⁽³⁾, Casagrande 와 Sofronis⁽⁴⁾, Liao 등^(5,6),

Hague 와 Mayo^(7,8) 등은 나노 세라믹 분말을 사용하여 상압 소결, 금형 압축 소결, 일축 압축 소결, 열간 등가압 소결 등의 고온 치밀화 실험과 이에 대한 이론적 연구를 수행하였지만 제안된 구성 모델은 하나의 성형 공정에만 적용되는 제약이 있다.

최근에 Kim 과 Kim^(9,10)은 일반적 하중하에서 나노 세라믹 분말의 고온 치밀화 거동을 예측할 수 있는 구성 모델을 제안하고 유한요소해석을 수행하여 나노 티타니아 분말의 상압 소결과 금형 압축 소결 실험치와 비교 검토한 바 있다.

본 논문에서는 나노 티타니아 분말(n-TiO₂ ceramic powder)을 사용하여 상압 소결, 일축 압축 소결 및 고온 금형 압축 소결 실험을 수행하여 상변화, 결정립 크기 및 상대밀도의 실험치를 얻었다. 또한, 일반적 하중하에서 나노 세라믹 분말의 고온 치밀화 거동을 예측할 수 있는 구성 모델을 수정 제안하고 상변이가 있을 때 결정립 성장을 예측할 수 있는 결정립 성장 모델을 제안하였다. 그리고, 이들 구성 모델들을 적용한 유한요소해석을 수행하여 실험치와 비교 검토하였다.

* 포항공과대학교 대학원 기계공학과

** 회원, 포항공과대학교 기계공학과

Email : korean@postech.edu

Tel : (0562)279-2164 Fax : (0562)279-5899

2. 실험

본 논문에서는 평균 입자 크기가 34 nm 인 티타니아 분말(NanoTek Titanium Dioxide, Nanophase Tech. Corp., U.S.A.)을 사용하였으며 이 분말의 물리적 성질 및 각 상에서의 이론밀도 등은 다른 문헌^(9,10)에 자세히 나타나 있다.

2.1 시편 준비 및 실험 과정

상압 소결과 금형 압축 소결 실험은 Kim 과 Kim^(9,10)의 결과를 이용하였다. 일축 압축 소결을 위한 시편은 금형 압축과 냉간 정수압 성형한 후 시편을 연마하여 원통형 형상으로 가공한 후 가공에 의해 발생한 잔류응력을 제거하고 적당한 강도를 유지하는 시편을 성형하기 위하여 500°C에서 30분간 상압 소결을 하였다. 최종 시편의 평균 직경은 5.62 mm, 평균 높이는 7.62 mm, 평균 상대밀도는 $D=0.636$ 이었다. 준비된 시편은 진공로에 넣고 분당 10°C의 승온 속도로 온도가 700°C에 도달할 때까지 가열 한 후 2분간 유지하고 초당 1.9 MPa 의 하중 속도로 실험 하중(초기 축 방향 응력이 190와 346 MPa)까지 가한 후 실험시간(0~120분) 동안 하중을 일정하게 유지하였다. 유지시간이 지난 후 하중을 제거하고 로냉하였다.

2.2 밀도와 결정립 크기의 측정

소결이 끝난 시편은 아르키메데스 법으로 밀도를 측정하였다. 상 변화와 결정립 크기는 X선 회절 분석을 통하여 관찰하였다. X선 회절 분석을 위한 시편 준비 및 분석 조건은 다른 문헌^(9,10)에 자세히 나타나 있다.

3. 이론

3.1 확산 크리프 모델

본 논문에서는 Kim 과 Kim^(9,10)이 제안한 고온에서 나노 세라믹 분말의 일반적 하중하에서의 확산 크리프 변형을 속도식을 다음과 같은 변형을 속도 텐서로 수정 제안하였다.

초기단계에서의 크리프 변형을 속도 텐서 $\tilde{\epsilon}$ 는 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$\tilde{\epsilon} = \frac{(1-D_0)}{D(D-D_0)} \frac{D_{\text{eff}}}{R^3} \left\{ \frac{3C_1}{2D} \left[\exp\left(\frac{\Omega\tilde{\sigma}'}{kT}\right) - \tilde{I} \right] + C_2 \frac{(1-D_0)}{(D-D_0)} \left[\exp\left(\frac{\Omega\sigma_m}{kT}\right) - \exp\left(\frac{\Omega\sigma_s}{kT}\right) \right] \tilde{I} \right\} \quad (1)$$

여기서, D , D_0 , D_{eff} , Ω , k , R , T 및 σ_s 는 각

각 상대밀도, 초기 상대밀도, 유효 확산계수, 원자 체적, 볼츠만 상수, 입자의 반경, 절대 온도 및 상압 소결시의 소결 구동력인 소결 포텐셜을 나타낸다. 또한 \tilde{I} , \tilde{I} 및 $\tilde{\sigma}'$ 는 각각 단위 텐서, 각 항이 1인 텐서 및 편차 응력 텐서이다. 식 (1)에서 C_1 과 C_2 는 실험치로부터 결정되는 재료상수이다.

말기단계에서의 크리프 변형을 속도 텐서 $\tilde{\epsilon}$ 는 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$\tilde{\epsilon} = \frac{1}{D} \frac{D_{\text{eff}}}{R^3} \left\{ \frac{3C_3}{2} \left[\exp\left(\frac{\Omega\tilde{\sigma}'}{kT}\right) - \tilde{I} \right] + C_4(1-D)^{1/2} \left[\exp\left(\frac{\Omega\sigma_m}{kT}\right) - \exp\left(\frac{\Omega\sigma_s}{kT}\right) \right] \tilde{I} \right\} \quad (2)$$

여기서, C_3 과 C_4 는 실험치로부터 결정되는 재료상수이다.

한편 상변이에 의해 확산계수가 증가하게 되는 데⁽¹¹⁾ 아직까지 이에 대한 정량적인 연구는 수행되지 않았다. 본 논문에서는 다음과 같이 확산계수는 상변이 속도에 선형적으로 비례하고 가압력에 의해서 감소⁽⁶⁾한다고 가정하였다.

$$D_{\text{eff}} = D_{\text{eff,noph}} \left(1 + A_d \frac{dW_R}{dt} \right) \exp\left(\frac{\Delta V \sigma_m}{kT}\right) \quad (3)$$

여기서 $D_{\text{eff,noph}}$, W_R 및 ΔV 는 각각 상압에서의 상변이가 생기지 않을 경우의 유효확산계수, rutile 상의 무게 분율 및 활성화 부피(activation volume)를 나타낸다.

3.2 소결 포텐셜

분말 성형체의 소결 중의 소결 포텐셜을 구하기 위한 여러 연구가 있었지만,⁽¹²⁻¹⁴⁾ 본 논문에서는 확산 크리프가 주된 치밀화 기구인 경우에 대해 구해진 McMeeking 과 Kuhn⁽¹²⁾과 Ashby⁽¹³⁾에 의한 계산식을 각각 초기 치밀화 단계와 말기 단계에서 소결 포텐셜을 구하기 위해 사용하였다.

$$\sigma_s = \frac{12\gamma_s}{R_0} D^2 \left(\frac{D_0}{D} \right)^{1/3} \quad \text{at initial stage} \quad (4)$$

$$\sigma_s = \frac{4\gamma_s}{G} (1-D)^{-1/3} \quad \text{at final stage} \quad (5)$$

여기서, γ_s 와 R_0 는 각각 표면 자유 에너지와 초기 입자의 반경이다.

3.3 결정립 성장

상압 소결에서의 정적인 결정립 성장은 다음과 같은 일반적인 식으로 쓸 수 있다.^(8,15)

$$\dot{G}_{s,o} = \frac{k'}{nG^{n-1}} \quad (6)$$

여기서 G_0 및 n , k' 는 각각 초기 결정립 크기 및 지수, 온도의 함수를 나타낸다.

한편 가해진 변형률에 의해서 향상된 동적인 결정립 성장 속도식은 다음과 같이 쓸 수 있다.^(7,8)

$$\dot{G}_{d,o} = \alpha G \sqrt{2\dot{\epsilon}_{ij}\dot{\epsilon}_{ij}}/3 \quad (7)$$

여기서 $\dot{\epsilon}_{ij}$ 는 크리프 변형률 속도의 편차 성분이며, α 는 실험치로 결정되는 상수이다.

한편, Liao 등⁽⁶⁾의 결과를 고려하면 상변이가 있는 경우 가압력이 증가할수록 결정립 성장 속도는 둔화됨을 고려할 수 있다. 또한 결정립 성장 속도의 둔화 정도는 상변이 양이 많을수록 증가된다고 생각할 수 있다. 따라서 본 논문에서는 상변이가 있을 때 가압력이 결정립 성장에 미치는 영향을 고려한 결정립 성장 속도식을 다음과 같이 제안하였다.

$$\dot{G} = \frac{1}{1 + A_g(W_R - W_{R0}) \cdot (-\sigma_m)^q} (\dot{G}_{s,o} + \dot{G}_{d,o}) \quad (8)$$

여기서 A_g 와 q 는 실험으로부터 결정되는 상수이며, W_{R0} 는 성형 온도에 도달한 시점(성형 시간 0분)에서의 rutile 상의 무게분율이다.

4. 실험 결과 및 해석

본 논문에서는 나노 티타니아 분말의 상압 소결, 일축 압축 소결 및 금형 압축 소결의 실험을 수행하고, 본 논문에서 제안한 결정립 성장 모델과 크리프 치밀화 구성 모델을 유한요소해석에 적용하여 구한 계산치와 실험치를 비교하였다.

제안된 구성 모델을 상용유한요소해석 프로그램인 ABAQUS⁽¹⁶⁾의 사용자 정의 서브루틴인 CREEP과 USDFLD에 적용하였다. 일축 압축과 금형 압축 소결의 경우 모두 양단 압축 방법을 사용하였으므로 x축에 대한 대칭과 y축에 대한 축대칭 조건으로부터 전체 단면의 1/4만 해석하였다. 해석에는 96개의 축대칭 요소인 CAX4(4-node bilinear axisymmetric element)와, 금형과 펀치의 경

우 강체로 가정하여 IRS21A 요소(axisymmetric rigid surface element)를 사용하였다. 성형체와 금형 벽면 및 펀치 사이에 마찰이 없다고 가정한 경우 ($\mu = 0$)와 고온에서의 일반적인 마찰 정도인 $\mu = 0.3$ 을 갖는 경우^(9,10,15)에 대해 계산하였다.

제안된 구성 모델은 초기와 말기단계에서 서로 다른 크리프 변형률 속도식을 적용하므로 변형률 속도식이 달라지는 경계 부근의 상대밀도 구간에서는 변형률 속도의 연속성을 위하여 천이구간을 고려하였으며,^(9,10,15) 본 논문에서는 변형률 속도의 천이구간으로 $D_1 = 0.85$ 와 $D_2 = 0.95$ 를 사용하였다. 또한 소결 포텐셜도 초기와 말기단계로 나누어 구하였으므로 연속성을 위하여 천이구간을 고려하였는데 이 경우에서는 식 (4)와 (5)에 의해서 계산되는 소결 포텐셜 값의 연속성을 고려하여 $D_1 = 0.70$ 과 $D_2 = 0.80$ 을 사용하였다.

구성 모델에 필요한 재료상수는 Liao 등⁽⁶⁾이 구한 값을 사용하였으며 계수 값들 C_2 , C_4 와 C_1 , C_3 는 각각 700°C에서 상압 소결과 346 MPa로 일축 압축 소결 시 구성 모델에 의한 계산치가 치밀화와 변형률 실험치를 잘 예측하는 값으로 결정하였다. 또한, 각 온도에서의 유효확산계수 및 계수 A_d 는 상압 소결 실험치를 잘 예측하는 값으로 결정하여 사용하였다. 이렇게 결정된 값을 Table 1에 나타내었으며 각 온도와 성형 조건에서의 치밀화와 변형률을 예측하는 데 사용하였다.

4.1 상압 소결

Fig. 1은 상압 소결한 시편의 성형 시간에 따른 결정립 크기의 실험치와 계산치의 비교를 나타낸다. 실선은 식 (6)에 의한 계산치이며 실험치를 잘

Table 1 Material data for nanocrystalline titania powder.

Material Property	Value	Ref.
Atomic volume, Ω [m ³]	1.56×10^{-29}	6,9,
Surface free energy, γ_s [J/m ²]	0.8-0.000167 T 10	
Activation volume, ΔV [m ³]	6.77×10^{-30}	
Effective diffusion coefficient		
at atmospheric pressure,		
$D_{eff,noph}$ [m ³ /s]		
at 600°C	1.1×10^{-29}	
at 650°C	1.0×10^{-28}	
at 700°C	3.4×10^{-28}	
at 800°C	1.2×10^{-27}	
C_1	3.0	
C_2	1.0	
C_3	3.5	
C_4	2.3	

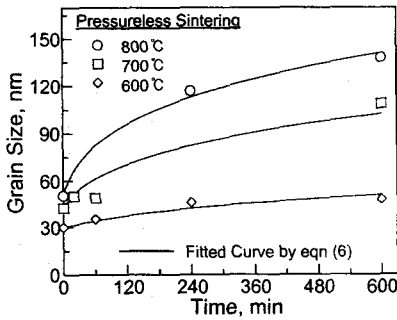


Fig. 1 Comparison between experimental data and calculated results for the average grain size with time for nanocrystalline titania powder compacts during pressureless sintering at 600, 700, and 800 °C

예측할 수 있는 지수 n 과 k' 값을 결정하였으며 그 값은 $n=4$ 이고, 각 온도에서의 k' 값은 600, 700 및 800 °C의 경우 각각 9747.7, 1.7742×10^5 및 $6.5091 \times 10^5 \text{ min}^{-1} \text{ nm}^4$ 이었다.

Fig. 2 는 각 성형 온도에서 상압 소결한 시편의 성형 시간에 따른 상대밀도의 실험치와 구성 모델에 의한 계산치의 비교를 나타낸다. 실선은 구성 모델에 의한 계산치이며 실험치를 비교적 잘 예측하고 있다. 여기서, 구성 모델에 필요한 계수 C_2 , C_4 및 각 온도에서의 유효 확산계수를 결정하였다.

4.2 일축 압축 소결

Fig. 3 은 700 °C에서 초기 축 방향 응력을 190 과 346 MPa로 일축 압축 성형한 티타니아 시편의 성형 시간에 따른 축 방향 변형을 실험치와 계산치의 비교를 나타낸다. 일점쇄선은 상수 값 $C_1 = 5.0$, $C_2 = 1.0$, $C_3 = 5.0$, $C_4 = 4.0$ 과 Table 1 에 있는 다른 재료상수 값을 구성모델에 적용하여 마찰이 없다고 가정한 경우의 계산치이다. 일점쇄선의 계산치는 실험치를 초기 소결 시간에서 매우 낮게 예측함을 볼 수 있다.

이러한 차이는 일차 크리프의 영향을 고려하지 않은 결과로 판단된다.^(17,18) 일차 크리프는 초기 단계(하중을 가한 직후)에서 주된 기구로 작용할 수 있다. Owen 과 Chokshi⁽¹⁸⁾는 알루미늄-지르코니아 복합체의 실험치로부터 변형률이 약 0.1 정도까지 일차 크리프 영역임을 확인한 바 있다. 따라서, 일차 크리프가 초기 소결 시간에서 주된 기구로 작용할 것임을 고려할 수 있다. 모재의 일차 크리프 변형에 대한 이론적 연구는 여러 연구자들에 의해 수행되었지만⁽¹⁷⁾ 분말 성형체의 소결 시의 일차 크리프에 의한 치밀화에 대한 연구는 현재까지 수행된 바 없다.

본 논문에서는 일차 크리프에 의한 치밀화와 변형 거동을 고려하기 위해 일차 크리프 영역에서는

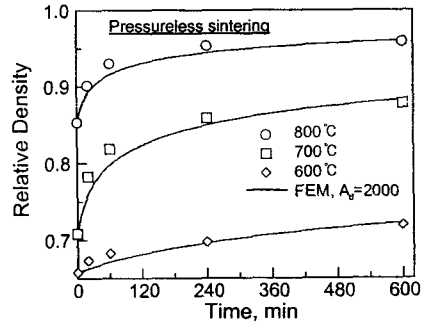


Fig. 2 Comparison between experimental data and finite element results for variations of relative density with time for nanocrystalline titania powder compacts during pressureless sintering at 600, 700, and 800 °C

다음과 같은 확산계수 및 상수 값을 사용하였다. 또한 일차 크리프가 주된 기구로 작용하는 구간을 700 °C에서 346 MPa로 성형한 경우 11 분까지를, 700 °C에서 190 MPa로 성형한 경우 7.5 분까지로 고려하였다.

700 °C, 346 MPa :

$$D_{\text{eff,noph}} = 1.3 \times 10^{-27} \text{ m}^3 / \text{s}, \quad C_1 = 6.0, C_3 = 3.5$$

700 °C, 190 MPa :

$$D_{\text{eff,noph}} = 6.0 \times 10^{-28} \text{ m}^3 / \text{s}, \quad C_1 = 4.5, C_3 = 3.5$$

Fig. 3 에서 점선과 실선은 각각 마찰이 없는 경우($\mu = 0$)와 마찰계수 $\mu = 0.3$ 을 고려하고 앞서 설명한 바와 같이 일차 크리프의 영향을 고려한 유한요소해석의 결과이다. 마찰계수 $\mu = 0.3$ 을 고려한 유한요소해석의 결과는 마찰을 고려하지 않은 유한요소해석의 결과보다 작은 변형률을 예측하고 있다. 실선에 의한 계산치는 실험치를 비교적 잘 예측하고 있다.

Fig. 4 는 700 °C에서 초기 축 방향 응력을 190 과 346 MPa로 일축 압축 성형한 티타니아 시편의 성형 시간에 따른 평균 결정립 크기 실험치와 계산치의 비교를 나타낸다. 여기서 식 (7)과 (8)에 필요한 상수 값은 700 °C에서 초기 축 방향 응력을 346 MPa로 일축 압축 성형한 티타니아 시편의 성형 시간에 따른 평균 결정립 크기 실험치를 계산치가 잘 예측할 수 있는 값으로 결정되었으며 그 값들은 $\alpha = 3.0$, $A_g = 1.0 \text{ Pa}^{-0.1}$, $q = 0.1$ 이다. Fig. 4 에서 일점쇄선의 일차 크리프 영향을 고려하지 않은 결과는 실험치를 잘 예측할 수 없었다. 또한, 점선과 실선은 각각 마찰이 없는 경우($\mu = 0$)와 마찰계수 $\mu = 0.3$ 을 고려하고 일차 크리프의 영향을 고려한 유한요소해석의 결과이다. 마찰계수 $\mu = 0.3$ 을 고려한 유한요소해석의 결과는 마찰을 고려하지 않은 유한요소해석의 결과보다 작은 결정립

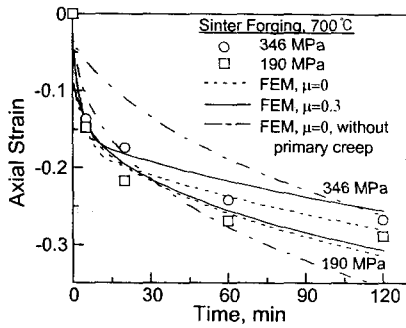


Fig. 3 Comparison between experimental data and finite element results for variations of axial strain with time for nanocrystalline titania powder compacts during sinter forging at 700°C under initial axial stress of 190 and 346 MPa

크기를 예측하고 있다. 실선에 의한 계산치는 실험치를 비교적 잘 예측하고 있다.

Fig. 5는 700°C에서 초기 축 방향 응력을 190과 346 MPa로 일축 압축 성형한 티타니아 시편의 성형 시간에 따른 상대밀도 실험치와 계산치의 비교를 나타낸다. 일점쇄선의 일차 크리프의 영향을 고려하지 않은 결과는 초기 소결 시간에서의 급격한 치밀화를 잘 예측할 수 없었다. 점선과 실선은 각각 마찰이 없는 경우($\mu = 0$)와 마찰계수 $\mu = 0.3$ 을 고려하고 일차 크리프의 영향을 고려한 유한요소해석의 결과이다. 마찰계수 $\mu = 0.3$ 을 고려한 유한요소해석의 결과는 마찰을 고려하지 않은 유한요소해석의 결과보다 높은 상대밀도를 예측하고 있다. 실선에 의한 계산치는 실험치를 비교적 잘 예측하고 있다. Fig. 3과 5에서 가압력일 클수록 마찰의 효과가 크게 나타남을 볼 수 있다.

4.3 금형 압축 소결

Fig. 6은 축 응력 354 MPa의 압력으로 금형 압

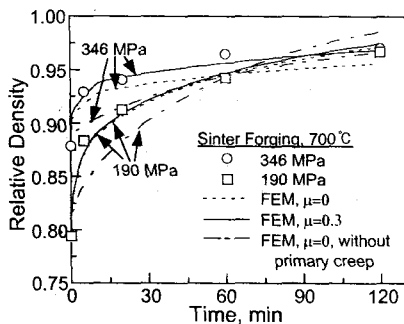


Fig. 5 Comparison between experimental data and finite element results for variations of relative density with time for nanocrystalline titania powder compacts during sinter forging at 700°C under initial axial stress of 190 and 346 MPa

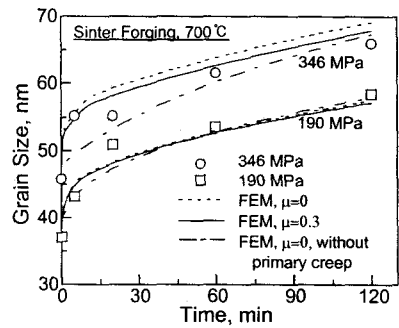


Fig. 4 Comparison between experimental data and finite element results for variations of the average grain size with time for nanocrystalline titania powder compacts during sinter forging at 700°C under initial axial stress of 190 and 346 MPa

축 성형한 티타니아 시편의 성형 시간에 따른 결정립 크기의 실험치와 유한요소해석에 의한 계산치의 비교를 나타낸다. 점선과 실선은 각각 마찰이 없는 경우($\mu = 0$)와 마찰계수 $\mu = 0.3$ 을 고려한 유한요소해석의 결과이다. 마찰계수 $\mu = 0.3$ 을 고려한 유한요소해석의 결과는 마찰을 고려하지 않은 유한요소해석의 결과보다 작은 상대밀도를 예측하고 있다. 실선에 의한 계산치는 실험치를 비교적 잘 예측하고 있다. 여기서 금형 압축 성형의 경우 500°C에서 미리 가압을 하고 실험 온도까지 승온하였다. 따라서 일차 크리프의 영향을 무시할 수 있으므로 일축 압축 소결에서와 같은 일차 크리프의 영향은 고려하지 않았다.

Fig. 7은 축 응력 354 MPa의 압력으로 금형 압축 성형한 티타니아 시편의 성형 시간에 따른 상대밀도의 실험치와 구성 모델을 이용한 유한요소해석의 결과와의 비교를 나타낸다. 점선과 실선은 각각 마찰이 없는 경우($\mu = 0$)와 마찰계수 $\mu = 0.3$

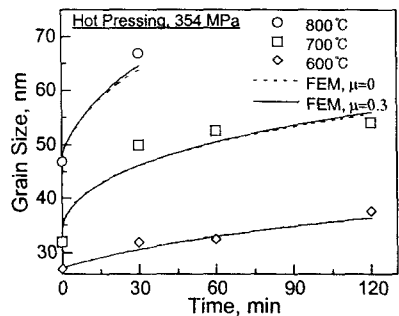


Fig. 6 Comparison between experimental data and finite element results for variations of the average grain size with time for nanocrystalline titania powder compacts during hot pressing under 354 MPa at 600, 700, and 800°C

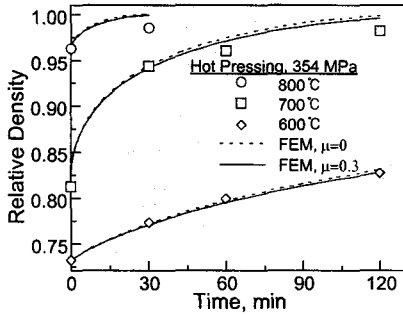


Fig. 7 Comparison between experimental data and finite element results for variations of relative density with time for nanocrystalline titania powder compacts during hot pressing under 354 MPa at 600, 700, and 800 °C

을 고려한 유한요소해석의 결과이다. 600 °C와 700 °C의 경우 마찰계수 $\mu = 0.3$ 을 고려한 유한요소해석의 결과는 실험치를 비교적 잘 예측하고 있으며 마찰을 고려하지 않은 유한요소해석의 결과는 실험치보다 높게 예측하고 있다. 800 °C의 경우는 마찰을 고려하지 않은 경우와 마찰계수 $\mu = 0.3$ 을 고려한 유한요소해석의 결과가 모두 실험치보다 높게 예측하고 있다.

5. 결론

본 논문에서는 나노 티타니아 분말의 상압 소결, 일축 압축 소결 및 금형 압축 소결의 실험을 수행하여 상변이, 결정립 크기 및 상대밀도에 대한 실험치를 구하였다. 일반적 하중하에서 나노 세라믹 분말의 고온 치밀화 거동을 예측할 수 있는 구성 모델과 상변이가 있을 때 결정립 성장을 예측할 수 있는 결정립 성장 모델을 제안하고 유한요소해석을 수행하여 실험치와 비교 검토하였다.

제안된 구성 모델을 적용한 유한요소해석은 나노 세라믹 분말의 상압 소결, 일축 압축 소결 및 금형 압축 소결시의 치밀화와 변형률을 비교적 잘 예측하였다. 또한, 상변이가 있을 때 가압력이 결정립 성장에 미치는 영향을 고려한 결정립 성장 속도식을 제안하였으며 제안된 식에 의한 계산치는 나노 티타니아 분말의 상압 소결, 일축 압축 소결 및 금형 압축 소결시의 결정립 성장을 비교적 잘 예측하였다.

참고문헌

(1) Mayo, M.J., 1996, "Processing of Nanocrystalline Ceramics from Ultrafine Particles," *Int. Mater. Rev.*, Vol. 41, No. 3, pp. 85~115.

(2) Suryanarayana, C., 1995, "Nanocrystalline Materials," *Int. Mater. Rev.*, Vol. 40, No. 2, pp. 41~64.

(3) Averback, R.S., Hofler, H.J., Hahn, H. and Logas, J.C., 1992, "Sintering and Grain Growth in Nanocrystalline Ceramics," *Nanostructured Mat.*, Vol. 1, pp. 173~178.

(4) Casagrande, A. and Sofronis, P., 1997, "Numerical Observations of Scaling Laws in the Consolidation of Powder Compacts," *Acta. Mater.*, Vol. 45, No. 11, pp. 4835~4845.

(5) Liao, S-C., Pae, K.D. and Mayo, W.E., 1997, "Retention of Nanoscale Grain Size in Bulk Sintered Materials via a Pressure-Induced Phase Transformation," *Nanostructured Mat.*, Vol. 8, No. 6, pp. 645~656.

(6) Liao, S-C., Mayo, W.E. and Pae, K.D., 1997, "Theory of High Pressure/Low Temperature Sintering of Bulk Nanocrystalline TiO_2 ," *Acta. Mater.*, Vol. 45, No. 10, pp. 4027~4040.

(7) Hague, D.C. and Mayo, M.J., 1997, "Sinter-Forging of Nanocrystalline Zirconia: I, Experimental," *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 80, No. 11, pp. 149~156.

(8) Hague, D.C. and Mayo, M.J., 1999, "Sinter-Forging of Nanocrystalline Zirconia: II, Simulation," *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 82, No. 3, pp. 545~555.

(9) Kim, H.G. and Kim, K.T., 1999, "Densification Behavior of Nanocrystalline Titania Powder Compact under High Temperature," *Acta Mater.*, Vol. 47, No. 13, pp. 3561~3570.

(10) 김홍기, 김기태, 1999, "n-TiO₂ 분말성형체의 고온 치밀화 거동," *대한기계학회 논문집(A)*, Vol. 23, No. 10, pp. 1797~1807.

(11) Kumar, K.P., Keizer, K., Burggraaf, A.J., Okubo, T., Nagamoto, H., and Morooka, S., 1992, "Densification of Nanostructured Titania Assisted by Phase Transformation," *Nature*, Vol. 358, No. 2, pp. 48~51.

(12) McMeeking, R.M. and Kuhn, L.T., 1992, "A Diffusional Creep Law for Powder Compacts," *Acta. Metall. Mater.*, Vol. 40, No. 5, pp. 961~969.

(13) Ashby, M. F., 1990, Background Reading, HIP 6.0, Univ. of Cambridge, pp. 1~58.

(14) Cocks, A.C.F., 1994, "The Structure of Constitutive Laws for the Sintering of Fine Grained Materials," *Acta. Metall. Mater.*, Vol. 42, No. 7, pp. 2191~2210.

(15) Kim, K.T., Kim, H.G., and Jang, H.M., 1998, "Densification Behavior and Grain Growth of Zirconia Powder Compact under High Temperature," *Int. J. Engng. Sci.*, Vol. 36, pp. 1295~1312.

(16) ABAQUS User's Manual, Hibbit, Karlsson and Sorensen, 1999.

(17) Poirier, J.P., 1985, *Creep of Crystals: High-Temperature Deformation Processes in Metals, Ceramics and Minerals*, Cambridge University Press, Cambridge, pp. 1~37.

(18) Owen, D.M. and Chokshi, A.H., 1994, "The Constant Stress Tensile Creep Behaviour of a Superplastic Zirconia-Alumina Composite," *J. Mat. Sci.*, Vol. 29, pp. 5467~5474.