

## 동적 정수압 가압 성형에 의한 분말의 성형특성

김병익 · 최상훈

한양대학교 무기재료공학과  
(1992년 4월 6일 접수)

### Effect on the Forming Property of Ceramic Powder by Dynamic CIP

B.I. Kim and S.H. Choi

Dept. of Inorg. Mat's Eng., Hanyang Univ  
(Received April 6, 1992)

#### 요 약

기존의 건식 가압 성형법(일축 가압성형, CIP, 진동 가압성형)의 단점들을 보완하기 위해 CIP 성형시 성형압력을 주기적으로 반복 변화시킬 수 있는 새로운 성형 장치인 동적 정수압 가압 성형 장치(dynamic-CIP)를 개발하여 성형특성을 검토하였다. Dynamic-CIP로 알루미나 분말을 성형한 경우 최대압력( $P_{max}$ )과 bias 압력( $P_{bias}$ )의 차이가 클수록 성형밀도는 직선적으로 증가하였으며, 일반 CIP의 1/3 이하의 성형압력으로도 높은 성형밀도의 성형체를 얻을 수 있었다.

#### ABSTRACT

In order to improve the compactness and uniformity in ceramic green body, we have developed dynamic-CIP (Cold Isostatic Pressing) as a new forming method in which the CIP and the vibratory pressing were combined. In dynamic CIP, bulk density on alumina compacts was linearly increased with higher  $|P_{max}-P_{bias}|$  and maximum pressure of dynamic-CIP was decreased over one-third of that of conventional CIP to obtain the same bulk density.

#### 1. 서 론

성형체에 요구되는 기본적으로 중요한 물성은 치밀성(compactness)과 균질성(uniformity)의 두가지로 집약할 수 있다. 이는 분체의 성형체는 크거나 작은 기공을 갖고 있으며, 건조와 소결 과정에서 수축하므로 치밀성과 균질성이 충분하게 만족되어 있지 않으면 소결중에 변형이 일어나거나 균열이 발생하여 소결체의 특성을 저하시키기 때문이다. 따라서 성형체의 치밀성과 균질성을 보장하기 위한 성형방법에 대한 많은 연구<sup>1-10)</sup>가 수행되어 왔으며, ceramics의 형상과 특성에 따라 여러 성형법들이 개발, 보고되고 있다. 일축가압 성형법의 단점을 보완하기 위한 방법으로는 일축 진동 가압 성형법과 정수압 가압법(Cold Isostatic Press 성형법, CIP법) 등이 있으며, 최근에는 Matsuo 등이 개발한 cyclic CIP법<sup>10)</sup>이 시도되고 있다.

성형체의 균질성에 대해서는 일축 가압 성형법을 중심으로 해석적 및 실험적인 연구결과가 보고되어 있다<sup>8,11)</sup>. 이들 보고에 의하면 일축 가압 성형체 내에서는 주로 굽형 내벽과 분체와의 마찰저항의 결과로 복잡한 압력분포 밀도 분포를 나타내어 밀도의 불균질성은 예를 들면 성형압 66 MPa에서는 5%, 200 MPa에서는 9%에 달하였다<sup>12)</sup>. CIP에 의한 경우에는 성형체의 내부 밀도 분포가 일축 가압 성형한 경우에 비해 상당히 개선될 수 있지만 성형체의 수축율이 X축방향과 Y축방향이 달랐으며, Abe 등<sup>13)</sup>은 이와 같은 수축의 이방성이 입자들의 마찰 저항에 의해 일어나는 성형압력의 감쇄영향에 기인하므로 이들 입자간의 마찰을 적게 할 수 있는 성형조제 첨가가 필요하다고 보고하였다.

본 연구에서는 본 저자 등에 의해 이미 발표된 바 있는 cyclic CIP<sup>9)</sup>를 보다 간편하게 설계하여 CIP 용기내의 압력을 주기적으로 반복 변화시키므로써 성형조제를 사

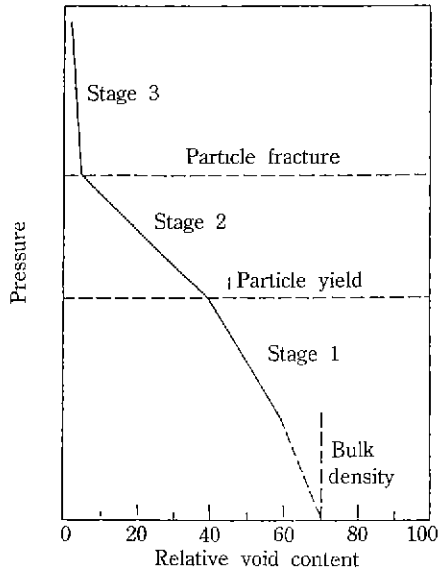


Fig. 1. Schematic compaction curve showing densification mechanism stages<sup>1)</sup>.

용하지 않고서도 입자들 간의 마찰 저항을 감소시켜 가압력을 쉽게 전달할 수 있는 동적 정수압 성형 장치 (dynamic-CIP)를 제작하여 이것이 세라믹스 분말의 성형특성에 미치는 영향을 검토하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. 성형장치 제작 및 가압방법

금속분말의 전식 가압 성형에 있어서 성형체의 치밀화 기구에 대해 Donachie 등<sup>1)</sup>은 다음과 같이 설명한 바 있다(Fig.1 참조). 즉, 그림에서 나타낸 바와 같이 제1 영역은 particle rearrangement, 즉 입자들끼리의 sliding에 의한 재배열, 제2영역은 분말 입자들간의 접촉면에서의 소성변형, 제3영역에서는 전체적인 소성유동에 의해 기공의 크기가 점진적으로 감소된다고 보고하였다. 그러나 세라믹스 분말의 경우에는 금속 분말과 달리 매우 높은 경도와 강도를 갖기 때문에 제 2,3영역에 의한 치밀화는 일어나기 어려우며, 제 1영역에 해당되는 particle rearrangement가 지배적이라고 할 수 있다. Fig.1의 각 영역에 있어서의 입자 충전상태를 도식적으로 나타내면 Fig.2와 같다. Fig.2(A)는 Fig.1의 제1영역에 해당되는 것으로 입자들이 어떠한 변형도 없이 단지 입자들 끼리의 미끄러움에 의해 재배열되어 큰 기공들을 채워나가는 것이고, Fig.2(B)는 입자들의 변형과 분쇄된 입자들이 작은 기공들을 채움으로써 성형밀도를 향상시키는 제 2,3

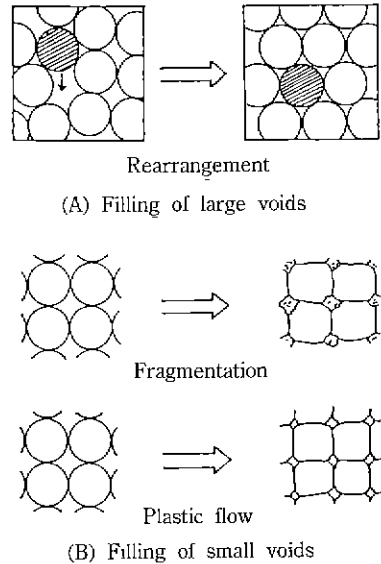


Fig. 2. Schematic diagram of different methods of Particle compaction.

영역에 해당된다. 따라서 주로 제1영역에서 성형체 치밀화가 일어날 세라믹스 분말의 경우, Fig.2(A)에서 보이고 있는 particle rearrangement를 보다 효과적으로 하기 위해서는 가압시 입자들끼리의 마찰로 인한 저항을 적게하여 가압력의 전달을 용이하게 해주어야 한다. 이를 위해 CIP의 용기내의 압력을 주기적으로 변화, 반복시킴으로써 진동 가압성형에서의 진동을 가하는 것과 같은 효과를 나타낼 수 있는 새로운 성형장치인 dynamic-CIP 장치를 개발하였다. 제작한 성형장치의 개요도 및 사진은 Fig.3,4와 같다. 본 장치에 의해 압력을 가하는 방법은 Fig.5와 같이 최대압력( $P_{max}$ )과 bias 압력( $P_{bias}$ )을 설정하고  $P_{max}$ 까지 pressure s/w로 가압한 다음  $P_{bias}$ 로 감압시킨다. 이때  $P_{bias}$ 는  $P_{max}$ 에서 감압되는데 소요되는 시간으로 조절하고 timer를 사용하여 압력 변화의 반복 주기 시간을 변화시켜 줄 수 있게 하였다.

### 2.2. 성형 및 특성 평가

제작한 dynamic-CIP에 의한 성형 특성에 대한 실험을 위해서는 Alcoa사의 alumina 분말(A-16)을 사용하였다. 사용된 분말의 순도는  $Al_2O_3$  99.5%, 평균입경 0.45  $\mu m$ , 비표면적 8.7  $m^2/g$ 으로 Fig.6(a)는 이 분말의 SEM에 의한 관찰결과를 보여주고 있다. 예비 성형체는  $\Phi=12.3$  mm의 disk형 금형으로 300  $kg/cm^2$ 의 성형압력으로 일축가압성형하여 제조하였다. Dynamic-CIP에 의한 성형 특성을 조사하기 위하여 예비성형체를 최대 압력( $P_{max}$ ,

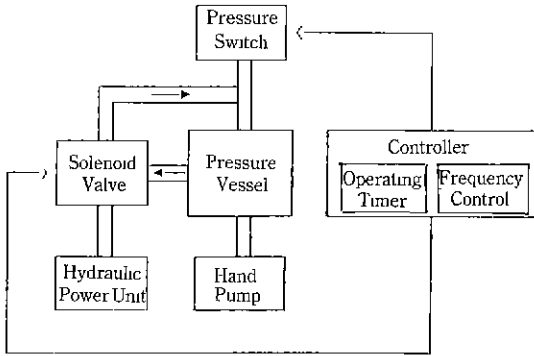


Fig. 3. Schematic diagram of dynamic-CIP system.

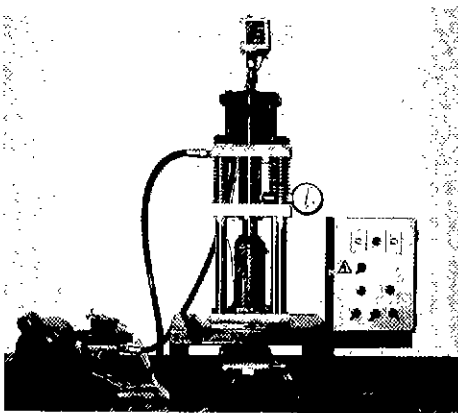


Fig. 4. Photograph of actual Dynamic-CIP system.

kg/cm<sup>2</sup>)과 bias 압력( $P_{bias}$ , kg/cm<sup>2</sup>)을 변화시켜 성형체를 제조한 다음 성형 밀도를 서로 비교 검토하였다.  $P_{max}$ 에 대한  $P_{bias}$  변화 영향 검토는  $P_{max}/P_{bias}$  변화를 900/(0, 200, 300, 600, 700), 700/(0, 100, 300, 500), 500/(0, 100, 300)로 하고 주기적 반복 압력변화시간은 3분으로 하였다. 또, 주기적 압력변화 반복시간의 영향을 조사하기 위해  $P_{max}/P_{bias}$ 를 900/200로 고정하고 주기적 압력변화 반복시간을 1, 3, 5, 10, 15, 30, 60분으로 변화시켜 성형특성을 조사하였다. 성형밀도는 측정된 성형체의 부피와 무게에 의해 결정하였다. 한편 dynamic-CIP 성형시 분말의 충전효과를 보다 효과적으로 관찰하기 위하여 금속 알록사이드로부터 제조한 평균입경 0.7  $\mu$ m인 구형의 단분산 Y-doped ZrO<sub>2</sub> 분말(Fig. 6(b))<sup>12)</sup>을 사용하여 성형한 성형체의 표면 및 파단면을 SEM으로 관찰하였다.

### 3. 결과 및 고찰

Fig. 7은 dynamic-CIP에 있어서  $P_{max}$ 를 500, 700, 900

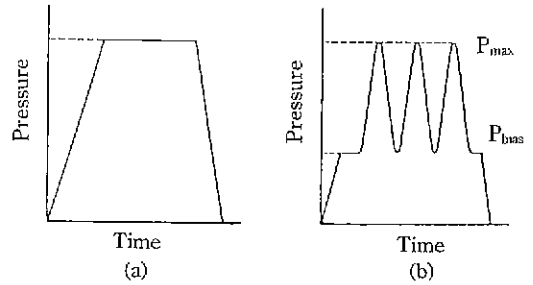


Fig. 5. Relationship between the compacting pressure and the time.

(a) static CIP, (b) dynamic CIP

kg/cm<sup>2</sup>으로 하고  $P_{bias}$ 를 변화시켜 성형했을 때와 일반 CIP로 성형압력 500, 700, 900, 1500 kg/cm<sup>2</sup>으로 성형했을 때의 성형밀도 변화를 나타낸 것이다. Dynamic CIP에 있어서  $P_{max}$ 를 500, 700, 900 kg/cm<sup>2</sup>로 한 세 경우, 모두에서  $P_{max}$ 와  $P_{bias}$  차이가 클수록 성형밀도는 높아졌으며 거의 직선적으로 증가하고 있음을 알 수 있었다. 그러나 일반 CIP에 있어서의 성형밀도는 성형압 900 kg/cm<sup>2</sup>까지는 증가하고 있으나 그 이상의 성형압에서는 거의 일정한 값을 나타내었다. Dynamic-CIP의 경우  $|P_{max}-P_{bias}|$ 가 클수록 성형밀도가 높아진 것은 성형과정 중  $P_{max}$ 로부터  $P_{bias}$ 로 압력이 떨어지는데 소요되는 시간 동안에는 입자들간의 마찰력이 적용치 않고 이 시간이 길수록 다시 가해지는 성형압력을 보다 용이하게 표면으로부터 내부까지 압력을 전달할 수 있어 입자들의 재배열이 용이해지기 때문으로 사료된다. 반면에 일반 CIP의 경우에는 어느 일정 압력 이상부터는 성형밀도 증가를 보이지 않았는데 이는 가해진 압력하에서 Fig. 8(a)에서와 같이 입자들간의 서로 상대되는 같은 힘이 작용하여 입자를 파괴할 수 있는 압력 이하의 어떤 성형압력을 가하더라도 성형밀도의 증가를 가져오지 못했기 때문이라 예상된다. Dynamic-CIP의 경우  $P_{max}=500$  kg/cm<sup>2</sup>의 성형밀도가 일반 CIP의 성형압 1500 kg/cm<sup>2</sup>로 성형했을 때보다 높은 성형밀도를 나타낸 것은 Fig. 8(b)에서 보는 바와 같이  $P_{bias}$ 까지 압력변화를 주어 Fig. 8(a)에서 움직일 수 없었던 입자들이 움직여 재배열할 수 있게 되었기 때문일 것이다. 특히 dynamic CIP에 있어서  $P_{max}/P_{bias}=500/0$  kg/cm<sup>2</sup>의 경우의 성형밀도(2.249g/cm<sup>3</sup>)와 일반 CIP에서의 성형압 1500 kg/cm<sup>2</sup>일 때의 성형밀도(2.224g/cm<sup>3</sup>)의 비교로부터 dynamic-CIP의 경우 일반 CIP 성형압의 1/3 이하에서도 더 높은 성형밀도를 갖는 성형체를 제조할 수 있음을 알 수 있었다.

Fig. 9는 dynamic-CIP 성형에 있어서  $P_{max}=900$  kg/cm<sup>2</sup>,

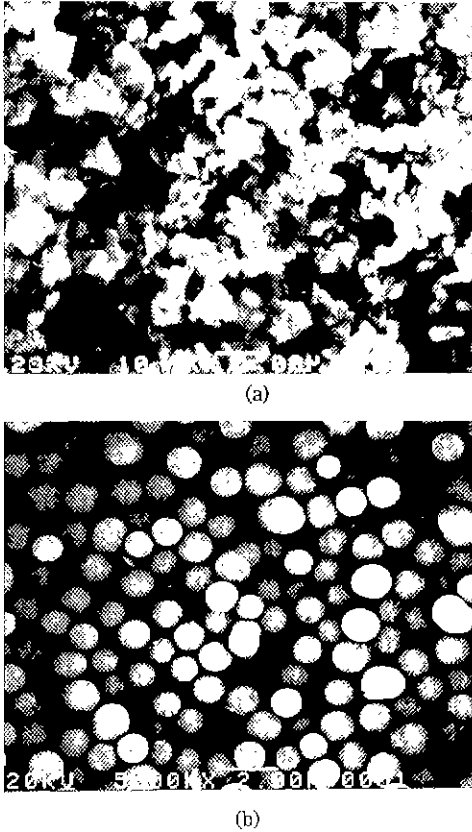


Fig. 6. SEM micrographs of (a) alumina powder (Alcoa Co., A-16) and (b) Y-doped ZrO<sub>2</sub> powder prepared from metal alkoxide.

$P_{\text{bias}} = 200 \text{ kg/cm}^2$ 로 하여 주기적 압력변화 반복시간을 1, 3, 5, 10, 15, 30, 60분으로 변화시켰을 때의 성형밀도 변화를 나타낸 것이다. 반복시간 10분까지는 빠른 속도로 성형밀도가 증가하고 있음을 알 수 있었으나, 15분에서 60분까지의 성형밀도 증가속도는 매우 느린 것을 알 수 있었다. 이로부터 dynamic-CIP에 의한 초기 압력변화시간 10분 이내에 입자의 재배열이 거의 다 이루어진다는 것을 알 수 있었다.

Fig. 10은 구형의 단분산 Y-doped ZrO<sub>2</sub> 분말을 사용하여 dynamic-CIP로 성형한 성형체의 표면, 파단면 SEM 사진이다. 이때 성형 조건은 예비성형 압력 130~140 kg/cm<sup>2</sup>,  $P_{\text{max}} = 900 \text{ kg/cm}^2$ ,  $P_{\text{bias}} = 200 \text{ kg/cm}^2$ , 압력 변화 반복시간은 3분이었다. 그림에서 보는 바와 같이 성형체의 표면에서는 기공들을 거의 찾아볼 수 없을 만큼 매우 치밀하게 입자들이 충전되어 있었으며, 또한 파단면 사진에서도 구형입자들의 치밀하고도 규칙적인 배열 상태를 관찰할 수 있었다.

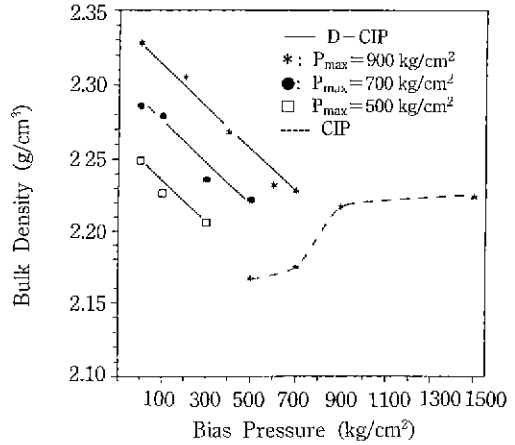


Fig. 7. Effect of bias pressure of Dynamic CIP on the bulk density of green body alumina powder.

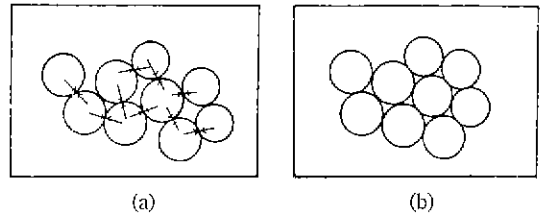


Fig. 8. Compactness of particles in green body by (a) static CIP and (b) dynamic CIP.

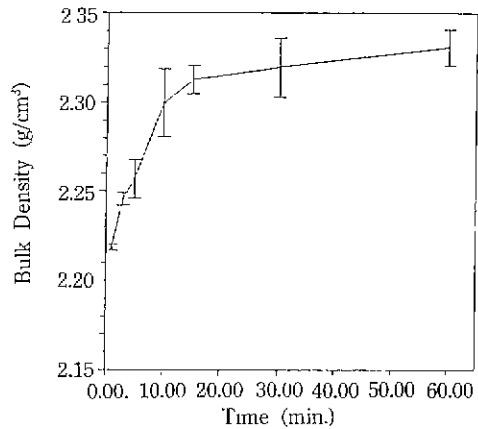


Fig. 9. Effect of operating time of Dynamic CIP on the bulk density of green body alumina powder.

#### 4. 결 론

CIP 성형시 성형 압력을 주기적으로 변화시켜 충전성을 높이고자 시도한 dynamic-CIP 성형장치를 설계 제작하여 세라믹 분말의 성형 특성을 조사하였다.

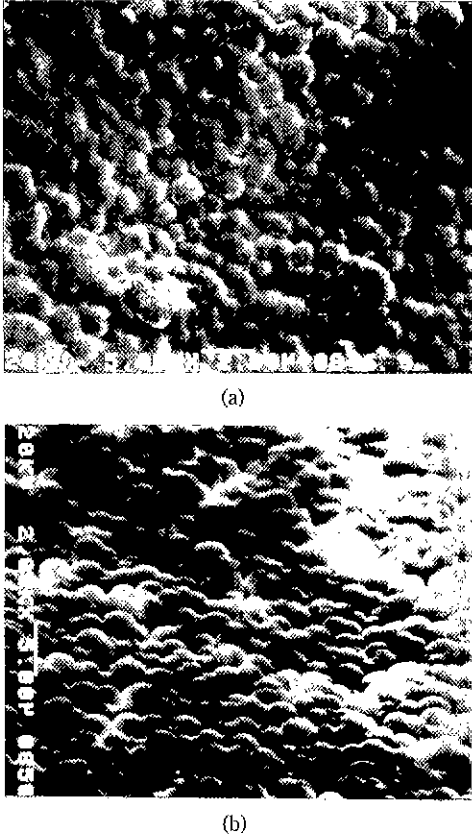


Fig. 10. SEM micrographs of (a) surface and (b) fracture surface of green body monosized Y-doped  $ZrO_2$  powder compacted by dynamic-CIP.

1) 최대압력( $P_{max}$ )과 bias 압력( $P_{bias}$ )의 차이가 클수록 성형 밀도는 거의 직선적으로 증가하였다.

2) 주기적 압력변화 반복시간이 길수록 성형밀도는 증가하였으나, 초기 10분 이내에 입자의 재배열이 거의 다 일어났음을 알 수 있었다.

3) 알루미늄 분말을 dynamic-CIP에 의해 성형하였을 때 일반 CIP의 1/3 이하의 성형압에서도 더 높은 성형 밀도를 갖는 성형체를 제조할 수 있었다.

4) 구형의 단분선 Y-doped  $ZrO_2$  미분말의 성형에서 구형입자들은 표면, 내부 모두에서 매우 치밀하게 충전되었다.

## REFERENCES

1. M.J. Donachie, Jr., & M.F. Burr, "Effects of Pressing on Metal Powders," *J. Metals*, Nov. 849-854 (1963).
2. V. Balasubramanian, P.N. Singh, P. Ramakrishnan, "Effect of Some Particle Characterizations on the Bulk Properties of Powders," *Powder-Metallurgy-International*, **16**(2), 56-59 (1984).
3. K.E. Easterling, A.R. Tholen, "The Role of Surface Energy and Powder Geometry in Powder Compaction," *Powder Metallurgy*, **16**(31), 112-118 (1973).
4. I.H. Moon, K.H. Kim, "Relationship between Compacting Pressure, Green Density and Green Strength of Copper Powder Compacts," *Powder Metallurgy*, **27**(2), 80-84 (1984).
5. P.J. James, "The Green Strength of Die-Pressed Zinc Powder," *Powder Metallurgy*, **20**(1), 21-25 (1977).
6. H.F. Fichmeister, E. Arzt, "Densification of Powders by Particles Deformation," *Powder Metallurgy*, **26**(2), 82-83 (1983).
7. P.J. James, "Particles Deformation during Cold Isostatic Pressing of Metal Powders," *Powder Metallurgy*, **20**(4), 199-204 (1977).
8. D.B. Leiser, O.J. Whittlemore, Jr., "Compaction Behavior of Ceramic Particles," *Am. Ceram. Bull.*, **49**(8), 714-717 (1970).
9. B.I. Kim, S. Kimura, "Effect of Cyclic CIP on the Forming Property of Spherical Monodispersed Alumina Powders." presented for diploma in Tokyo Institute of Technology (1987).
10. T. Nishimura, K. Kubo, K. Jinbo, Y. Matsuo, S. Kimura, "Forming of Ceramic Powders by Cyclic-CIP," *J. Jpn. Ceram. Soc.*, **98**(12), 1368-1371 (1990).
11. R.A. Tompson, "Mechanics of Powder Pressing; 1, Model for Powder Densification," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **60**, 237 (1981).
12. 素木洋一, "セラミックスの製造プロセス II," p.87, 技報堂 (1979).
13. O. Abe, S. Iwai, S. Kanzaki, M. Ogashi, H. Tabata, "Influence of Size and Shape on Homogeneity of Powder Compacts Formed by Cold Isostatic Pressing (Part 1)," *Yogyo-Kyokai-Shi*, **94**(10), 74-80 (1986).
14. B.I. Kim, J.Y. Lee, S.H. Choi, "Preparation of Spherical Monodispersed Y-doped  $ZrO_2$  Powders from Metal Alkoxide," *J. Korean Ceram. Soc.*, **29**(2), 119-126 (1992).