

## 세라믹 분말 성형체의 크리프 치밀화 및 결정립 성장의 해석

권영삼 · 김기태

포항공과대학 기계공학과  
(1993년 2월 10일 접수)

### Analysis for Creep Densification and Grain Growth of Ceramic Powder Compacts

Y. S. Kwon and K. T. Kim

Department of Mechanical Engineering Pohang Institute of Science and Technology  
(Received February 10, 1993)

#### 요 약

세라믹 분말 성형체의 크리프 치밀화와 결정립 성장을 해석하기 위한 구성 모델을 제안하였다. 분말 성형체의 크리프 변형률 속도는 Rahaman 등과 Helle 등이 제안한 구성방정식들을 이용하여 구하였다. 또한 결정립 성장 속도는 내부 변수로서 시간, 결정립 크기 및 변형률 속도를 가정하여 구하였다. 제안된 구성 모델은 Venkatachari와 Raj가 구한 알루미나 분말 성형체의 일축 압축 소결의 실험치와 손전석 등이 구한 알루미나 분말의 가압 소결의 실험치와 비교 검토되었다.

#### ABSTRACT

A constitutive model is proposed to analyze creep densification and grain growth of ceramic powder compacts. The creep strain rates for powder compacts are obtained from constitutive equations proposed by Rahaman *et al.* and Helle *et al.* The grain-growth rate is obtained by assuming time, grain size, and strain rate as its internal state variables. The proposed constitutive model is compared with experimental data for alumina compacts obtained by Venkatachari and Raj for sinter forging and by Son *et al.* for hot pressing.

#### 1. 서 론

세라믹 소재는 내화성, 경도, 고온 강도 등이 우수하고 양호한 열충격 저항성을 가지고 있으므로 고온 구조용 부품의 대체 소재로 사용하기 위한 많은 연구가 되고 있다. 현재까지 세라믹 소재는 제조공정이 복잡하고 실제 부품으로의 가공 공정이 어려우므로 군사 및 우주항공 등의 국한된 분야에서만 사용되고 있다. 따라서 세라믹 소재의 보다 폭넓은 활용을 위해서는 이와같은 문제점의 해결이 시급한 실정이다.

세라믹의 제조공정에서 고려되어야 할 중요한 사항은 잔류 기공 및 결정립 크기의 적절한 조절이며 이에 따라 실제 제조 부품의 강도나 인성 등의 기계적 특성이 좌우된다<sup>1,2)</sup>. 일반적으로 우수한 기계적 특성을 갖는 세라믹 소재를 제조하기 위해서는 잔류기공을 최소화시킬 수

있으며 결정립 성장을 최대한으로 억제할 수 있는 제조공정이 개발되어야 한다.

통상적인 상압소결(pressureless sintering)은 가장 손쉬운 제조방법이나 잔류기공의 완전한 소멸이 어려우며 비교적 긴 소결시간이 요구됨에 따라 결정립 성장을 조절하기 어려우므로 높은 하중을 받는 고온 구조용 부품을 제조하기는 적합하지 않다. 열간 등가압 소결(hot isostatic pressing)에 의한 세라믹 소재의 제조 공정은 실제 부품에 가까운 형상의 부품을 제조할 수 있을 뿐만 아니라 상압소결에 비하여 낮은 공정 온도에서 단시간 내에 기공의 완전 소멸이 가능하므로 우수한 물성을 갖는 세라믹 소재를 제조할 수 있다<sup>3)</sup>. 열간 등가압을 위해서는 세라믹 소재에 금속캔을 씌워야 하므로 기술적인 어려움이 있으며 씌어진 금속캔의 영향으로 실제 내부에는 균일한 압력이 가해지지 않으며<sup>4)</sup> 열간 등가압기(HIP)가

고가인 단점이 있다. 또한, 가압 소결(hot pressing)에 의한 부품의 제조는 최종 부품의 치수를 정밀하게 조절할 수 있으며 등기압 소결에 비하여 설비단가가 저렴한 장점이 있다. 그러나 가압소결시 다이벽면 사이의 마찰에 의한 밀도 및 결정립 크기의 불균일성을 초래할 수 있으며, 다이벽면의 하중을 정확히 예측할 수 없는 단점이 있다.

세라믹의 여러 제조 공정에서의 문제점을 해결하기 위해서는 실제 각각의 공정에서의 치밀화 변형 기구에 대한 충분한 이해 및 해석이 필요하며 이를 위하여 세라믹 분말 성형체의 일반 하중상태에서의 변형 및 결정립 성장을 예측할 수 있는 구성이론이 필요하다. Helle 등<sup>5)</sup>은 열간 등가압하에서 세라믹 및 금속 분말의 치밀화 거동을 해석할 수 있는 구성이론을 제안하였으며, 일반 하중하에서의 적용이 가능한 구성이론이 최근 여러 문헌에서 발표되고 있으나<sup>3,6-9)</sup> 구성이론의 개발에 필요한 실험치의 부족 등으로 인하여 구성이론의 실제 제조 공정으로의 적용에 대한 연구는 계속 진행되고 있다.

본 논문에서는 새로운 형태의 구성이론을 제안하고 알루미늄나 분말 성형체의 일축 압축 소결(sinter forging)<sup>10)</sup> 및 가압 소결(hot pressing)의 실험치<sup>11)</sup>와 비교 검토를 수행하였다.

## 2. 이론적 해석

일반적으로 세라믹 및 금속 분말 성형체의 소결 치밀화 거동은 다음과 같이 2가지 단계로 구분하여 고려할 수 있다<sup>5)</sup>. 1단계는 초기 단계로서 분말 성형체의 상대밀도가 대략 0.9 이하인 경우의 치밀화 거동을 의미하며 이 범위에서는 주로 분말 입자 상호간의 접촉 변형에 의하여 치밀화가 되는 단계이다. 2단계는 상대밀도 0.9 이상에서의 치밀화 거동을 말하며 분말 입자가 심하게 변형됨에 따라 입자 사이의 공간이 고립되어 중공구와 같은 형태로 변형되어 중공구의 수축과 유사하게 치밀화가 일어나는 단계를 말한다. 따라서 일반적으로 분말 성형체의 치밀화 기구가 달라짐에 따라 구성이론이 다르게 모델링되어야 한다<sup>5,8,9)</sup>.

세라믹의 변형 거동을 해석하기 위해서는 일반 3차원 하중하에서의 크리프 변형을 속도 및 결정립 성장속도가 적절히 정의되어야 한다. 본 논문에서는 앞서 언급한 바와 같이 치밀화 단계에 따라 크리프 변형을 속도를 각각 달리 제안하였다. 또한, 결정립 성장속도를 시간, 결정립 크기 및 변형률 속도의 함수로 고려하여 결정립 성장은 상대밀도의 전 구간에 대하여 한가지 구성 방

정식만으로 나타내었다.

### 2.1. 크리프 변형을 속도의 모델링

일반적으로 분말 성형체의 크리프 변형을 속도  $\dot{\epsilon}_y$ 는 다음과 같이 표현된다<sup>6)</sup>.

$$\dot{\epsilon}_y = \frac{\sigma'_y}{2\mu_p} + \frac{1}{3K_p}(\sigma_m - \sigma_s)\delta_y \quad (1)$$

여기서  $\sigma'_y$ 와  $\sigma_m$ 은 각각 가해진 응력의 편차성분과 정수성분을 나타내며  $\mu_p$ 와  $K_p$ 는 분말 성형체의 상당 전단 점성계수와 상당 체적 점성계수를 나타낸다. 또한  $\delta_y$ 는 크로커키 델타(Kronecker delta)이며  $\sigma_s$ 는 상압 소결시의 소결 구동력인 소결 포텐셜(sintering potential)을 나타낸다. Ashby<sup>12)</sup>는 상대밀도와 결정립 크기의 함수로 소결 포텐셜을 표현하였으며 Rahaman 등<sup>13)</sup>과 Hsueh 등<sup>14)</sup>은 소결 포텐셜의 크기를 실험치로부터 대략 1 MPa 정도 임을 보였다.

식 (1)에서 분말 성형체의 상당 전단 점성계수  $\mu_p$ 와 상당 체적 점성계수  $K_p$ 는 상대밀도의 함수이며 이 계수들은 Rahaman 등<sup>13)</sup>과 Helle 등<sup>5)</sup>이 제안한 구성 방정식들로부터 구할 수 있다.

#### 2.1.1. 제 1단계에서의 치밀화

Frost와 Ashby<sup>15)</sup>는 알루미늄의 고온 변형에서는 입계 확산(boundary diffusion)이 주된 변형기구를 보였다. Helle 등<sup>5)</sup>은 확산 크리프가 주된 치밀화 기구인 경우 상대밀도 0.9 이하에서의 등가압 하중조건에서의 다음과 같이 치밀화 속도  $\dot{\rho}$ 를 구하였다.

$$\dot{\rho} = \frac{-43(1-\rho_0)^2}{(\rho-\rho_0)^2} \frac{D_{eff}^0 \Omega}{kTR^3} (\sigma_m - \sigma_s), \quad (2)$$

$$D_{eff}^0 = \delta D_b + R(\rho - \rho_0)D_v$$

여기서  $\rho_0$ ,  $D_{eff}^0$ ,  $\Omega$ ,  $k$ ,  $R$  및  $T$ 는 각각 초기 상대밀도, 초기 단계에서의 유효 확산계수, 원자 체적, 볼츠만 상수, 입자의 반경 및 절대온도를 나타낸다. 또한  $\delta$ ,  $D_b$  및  $D_v$ 는 각각 입계의 두께, 입계 확산계수 및 체적 확산계수를 나타낸다.

치밀화 속도  $\dot{\rho}$ 와 체적 변형률 속도  $\dot{\epsilon}_{kk}$ 는 다음과 같은 관계를 갖는다.

$$\dot{\rho} = -\rho \dot{\epsilon}_{kk} \quad (3)$$

따라서 식 (2)와 식 (3)을 이용하면  $K_p$ 는 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$K_p = \frac{\rho(\rho - \rho_0)^2}{43(1 - \rho_0)^2} \frac{kTR^3}{D_{eff}^0 \Omega} \quad (4)$$

Rahaman 등<sup>14)</sup>은 입계확산이 주된 변형기구인 경우 다음과 같이 유효 변형률 속도를 나타내었다.

$$\dot{\epsilon}_e = \frac{C'D_{eff}\Omega\sigma_e\phi}{kTR^3} \quad (5)$$

여기서 C'와  $\sigma_e$ 는 재료상수와 유효응력(=  $(3/2\sigma_y'\sigma_y')^{1/2}$ )을 각각 나타내며  $D_{eff}$ 은 유효 확산계수로서 상대밀도 0.9 이하에서는 식 (2)의  $D_{eff}^{(0)}$ 가 된다. 또한,  $\phi$ 는 응력 집중 계수로서 실제 하중 유지 면적을  $A_e$ 라 하고 절보기 면적을 A라 하면  $\phi = A/A_e$ 로 표현되며<sup>13)</sup> Helle 등<sup>15)</sup>은 상대밀도 0.9 이하의 초기 단계에서 응력 집중계수  $\phi$ 를 다음과 같이 나타내었다.

$$\phi = \frac{(1-\rho_0)}{\rho^2(\rho-\rho_0)} \quad (6)$$

유효 변형률 속도  $\dot{\epsilon}_e$ 와 상당 전단 점성계수  $\mu_p$ 는 다음의 관계를 갖는다.

$$\dot{\epsilon}_e = \frac{\sigma_e}{3\mu_p} \quad (7)$$

따라서 식 (6)을 식 (5)에 대입하면 식 (7)로부터  $\mu_p$ 를 다음과 같이 구할 수 있다.

$$\mu_p = \frac{\rho^2(\rho-\rho_0)}{3C_1(1-\rho_0)} \frac{kTR^3}{D_{eff}^{(0)}\Omega} \quad (8)$$

이상의 식 (4)와 (8)을 식 (1)에 대입하면 치밀화의 초기단계에서 세라믹 분말 성형체의 크리프 변형률 속도  $\dot{\epsilon}_0$ 를 다음과 같이 구할 수 있다.

$$\dot{\epsilon}_0 = \frac{(1-\rho_0)}{\rho(\rho-\rho_0)} \frac{D_{eff}^{(0)}\Omega}{kTR^3} \left\{ \frac{3C_1}{2\rho} \sigma_y' + C_2 \frac{(1-\rho_0)}{(\rho-\rho_0)} (\sigma_m - \sigma_s) \delta_0 \right\} \quad (9)$$

여기서  $C_1$ 는 실험치로부터 결정되는 재료상수이며  $C_2$ 는 식 (4)에서의 계수를 사용하면 43/3이 되어야 한다. 그러나 Helle 등<sup>15)</sup>이 구한  $C_2$ 의 값은 같은 크기의 구형 분말 입자의 성형을 가정하여 이상화된 경우에 구한 계산치이며 실제 실험에서 사용되는 분말 입자는 크기가 일정하지 않고 형상도 완전한 구형이 아님을 고려하여  $C_2$ 는 실험치로부터 결정되는 재료상수로 가정하였다.

### 2.1.2. 제 2단계에서의 치밀화

상대밀도 0.9 이상에 대하여 Helle 등<sup>15)</sup>은 다음과 같이 치밀화 속도  $\dot{\rho}$ 를 표현하였다.

$$\dot{\rho} = -270(1-\rho)^{1/2} \frac{D_{eff}^{(0)}\Omega}{kTR^3} (\sigma_m - \sigma_s)$$

$$D_{eff}^{(0)} = \delta D_0 + R \left[ \frac{1-\rho}{6} \right]^{1/3} D_v \quad (10)$$

여기서  $D_{eff}^{(0)}$ 는 상대밀도 0.9 이상에서의 유효 확산계수이다. 식 (10)과 식 (3)을 이용하면  $K_p$ 는 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$K_p = \frac{\rho}{270(1-\rho)^{1/2}} \frac{kTR^3}{D_{eff}^{(0)}\Omega} \quad (11)$$

유효 변형률 속도를 나타내는 식 (5)에 포함된 유효 확산계수  $D_{eff}$ 는 상대밀도 0.9 이상에서 식 (10)의  $D_{eff}^{(0)}$ 가 되며 응력 집중계수  $\phi$ 는 상대밀도 0.9 이상에 대하여 다음과 같이 표현될 수 있다<sup>15)</sup>.

$$\phi = \frac{1}{\rho} \quad (12)$$

식 (12)를 식 (5)에 대입하면 식 (7)로부터  $\mu_p$ 는 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$\mu_p = \frac{\rho}{3C_3} \frac{kTR^3}{D_{eff}^{(0)}\Omega} \quad (13)$$

식 (11)과 식 (13)을 식 (1)에 대입하면 상대밀도 0.9 이상의 범위에서 세라믹 분말 성형체의 크리프 변형률 속도  $\dot{\epsilon}_0$ 를 다음과 같이 구할 수 있다.

$$\dot{\epsilon}_0 = \frac{1}{\rho} \frac{D_{eff}^{(0)}\Omega}{kTR^3} \left\{ \frac{3C_3}{2} \sigma_y' + C_4(1-\rho)^{1/2} (\sigma_m - \sigma_s) \delta_0 \right\} \quad (14)$$

여기서  $C_3$ 는 식 (8)과 (13)에 나타난 각 치밀화 단계에서의 상당 전단 점성계수가 상대밀도  $\rho=0.9$ 에서 같아야 하는 조건으로부터 다음과 같이  $C_1$ 의 향으로 나타낼 수 있다.

$$C_3 = \frac{(1-\rho_0)C_1}{0.9(0.9-\rho_0)} \quad (15)$$

또한, 식 (14)의 두번째항 포함된  $C_4$ 는  $C_3$ 와 유사하게 식 (4)와 (11)에 나타난 각 치밀화 단계에서의 상당 체적 점성계수가 상대밀도  $\rho=0.9$ 에서 같아야 하는 조건으로부터 다음과 같이  $C_2$ 의 향으로 나타낼 수 있다.

$$C_4 = \frac{(1-\rho_0)^2 C_2}{(0.1)^{1/2}(0.9-\rho_0)^2} \quad (16)$$

따라서 식 (9)의 크리프 변형률 속도식에서의 재료상수인  $C_1$ 과  $C_2$ 를 구하면 식 (15)와 (16)으로부터  $C_3$ 와  $C_4$ 를 계산할 수 있다.

2.2. 결정립 성장속도의 모델링

식 (2)와 식 (10)에서 치밀화 속도는 입자의 반경 R의 3제곱에 반비례함을 알 수 있으며 결정립 크기 G는 입자의 반경 R과  $G=2R$ 의 관계를 갖는다. 따라서 결정립의 크기는 치밀화 속도에 강한 영향이 있으며 또한 결정립의 크기 자체도 실제 제조된 소재의 기계적 특성에 큰 영향을 준다. 따라서 변형중 결정립 성장을 예측할 수 있는 구성 방정식이 중요하며 현재까지 소결 치밀화중 결정립 성장 기구에 대한 적절한 모델이 개발중이다<sup>2,9,17)</sup>.

결정립 성장의 내부변수로서 상대밀도를 고려하는 결정립 성장은 Kuczynski<sup>17)</sup>, Du와 Cocks<sup>9)</sup> 등에 의하여 제안되었다. Du와 Cocks<sup>9)</sup>는 Coble<sup>18)</sup>의 상압소결의 실험치를 그들이 제안한 상대밀도와 결정립 크기의 함수로 나타낸 결정립 성장식을 이용하여 잘 표현할 수 있었으며 Uematsu 등<sup>19)</sup>은 Kuczynski<sup>16)</sup>가 제안한 상대밀도와 결정립 성장의 관계식을 그들의 열간 정수압 성형중의 실험치에 적용할 수 있었다. 한편, Besson과 Abouaf<sup>2)</sup> 및 Rahaman 등<sup>14)</sup>은 결정립 성장에 대한 상대밀도의 영향은 거의 없으며 상압소결시 결정립 성장은 시간과 결정립 크기에 의존함을 보였으며 다음의 결정립 성장 속도식으로 그들의 실험치를 적절히 표현할 수 있었다.

$$\dot{G}_s = \frac{k}{G^m} \tag{17}$$

여기서  $\dot{G}_s$ 와 G는 각각 상압소결에서의 결정립 성장속도와 결정립의 크기를 나타낸다. 또한, m은 재료상수이며 k는 온도에만 의존하는 상수로서 다음과 같이 나타낼 수 있다<sup>2)</sup>.

$$k = k_0 \exp(-Q_s/R'T) \tag{18}$$

여기서  $k_0$ 는 실험치로부터 결정되는 재료상수이며  $Q_s$ 와 R'은 각각 상압소결시의 활성화에너지와 가스상수를 나타낸다.

Venkatachari와 Raj<sup>10)</sup>은 알루미늄 분말 성형체의 다양한 하중하의 일축 압축 소결(sinter forging)의 실험치로부터 결정립 성장이 시간 뿐만 아니라 변형률 속도에 의존함을 보였으며 Wilkinson와 Cáceres<sup>20)</sup>은 여러 금속의 초소성 변형에서 결정립 성장이 유효 변형률 속도에 의존함을 보였다. 또한, 상대밀도가 1인 재료에서도 시간의 경과 및 변형률 속도에 따른 결정립 성장이 존재함을 감안할 때 결정립 성장이 상대밀도의 함수보다는 시간, 결정립 크기 및 변형률 속도의 함수로 가정하는 것이 보다 타당함을 고려하여 Wilkinson와 Cáceres<sup>20)</sup>의 모델과 유사하지만 체적 변형률 속도의 영향이 고려된

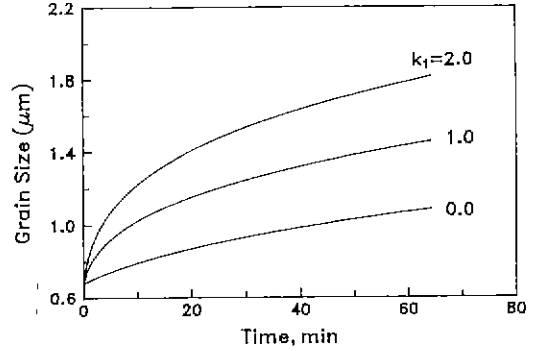


Fig. 1. Calculated grain size-time relations from eq. (9), (14), and (19) with various values of  $k_1$ .

다음과 같은 결정립 성장 속도식을 제안하였다.

$$\dot{G} = \dot{G}_s + \frac{k_1 G \sigma_y \dot{\epsilon}_p}{(\sigma_{mn} \sigma_{min})^{1/2}} \tag{19}$$

여기서  $k_1$ 은 온도에만 의존하는 양의 상수값이며  $\sigma_{mn}$ - $\sigma_{min}$ 은 응력성분의 스칼라곱을 나타낸다. 또한, 식 (19)는 상압소결의 경우 두번째항이 무시되므로 식 (17)과 같아지며 하중이 가해진 경우 결정립 성장이 상압소결에서의 결정립 성장에 추가하여 가해진 하중에 의한 변형률 속도에 비례함을 나타낸다.

Fig.1은 다양한  $k_1$ 의 값을 이용하여 식 (19)로부터 계산된 시간에 따른 결정립 변화를 나타낸다. 여기서 식 (19)의 두번째항에 포함된  $k_1$ 의 값이 커짐에 따라 시간의 변화에 따른 결정립 성장속도가 증가함을 알 수 있으며  $k_1=0$ 인 경우는 상압 소결에서의 결정립 성장을 나타낸다. 또한, Fig.2는 Fig.1과 같은 조건에서 식 (9), (14) 및 (19)로부터 계산된 시간에 따른 상대밀도의 변화를 나타낸다. 여기서 Fig.1에서 알 수 있는 바와 같이  $k_1$ 의 값이 커짐에 따라 시간에 따른 결정립 성장속도가 증가하여 이에 따라 치밀화 속도가 감소되고 있음을 나타낸다.

Fig.1과 Fig.2로부터 치밀화 속도와 결정립 성장속도는 상호간에 큰 영향을 갖고 있음을 알 수 있다. 따라서 실제 이론적 해석에서는 크리프 변형률 속도를 나타내는 식 (9) 및 식 (14)와 결정립 성장속도를 나타내는 식 (19)가 동시에 계산되어야 한다.

3. 실험치와의 비교 검토

세라믹의 고온 변형을 해석하기 위하여 제안된 구성

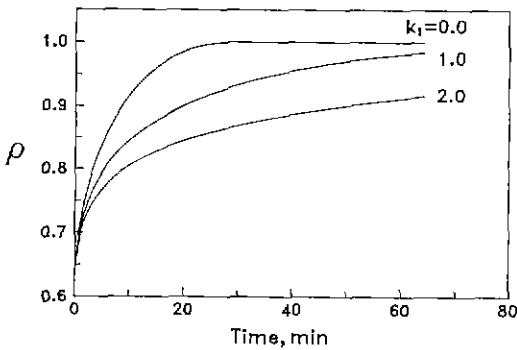


Fig. 2. Calculated creep densification-time relations from eq. (9), (14), and (19) with various values of  $k_1$ .

방정식들인 식 (9), (14), (17) 및 (19)에는 여러 재료상수들을 포함하고 있다. 식 (9)와 식 (14)의 크리프 변형률 속도식에 포함된 재료상수들중 상대밀도에 따른 유효 확산계수들인  $D_{eff}^*$ 과  $D_{eff}^*$ 는 Helle 등<sup>2)</sup>의 값을 이용하였으며(참고문헌<sup>2)</sup>의 Table 1 참조) 소결 포텐셜  $\sigma_s$ 는 1 MPa를 사용하였다. 또한 식 (17)에 포함된 재료상수인  $m$ ,  $k_0$  및  $Q_{eff}$ 는 Besson과 Abouaf<sup>23)</sup>에 의해 실험치로부터 구해진 값을 사용하였으며 그 값들은 각각  $3$ ,  $3.15 \times 10^{-12} \text{ m}^4 \text{ s}^{-1}$  및  $564 \text{ kJ mol}^{-1}$ 이다.

그외의 재료상수들  $C_1$ ,  $C_2$  및  $k_1$ 은 구성 방정식을 Venkatachari와 Raj<sup>10)</sup>가 1500°C에서 구한 일축 압축 소결(sinter forging)의 실험치와 비교하여 구하였다. 또한 이와같이 결정된 재료상수들을 이용하여 손진석 등<sup>11)</sup>에 의해 1550°C에서 구한 가압 소결(hot pressing)의 실험치에 구성이론을 적용하였다.

### 3.1. 일축 압축 소결(sinter forging)

Venkatachari와 Raj<sup>10)</sup>는 평균 입자크기가  $0.3 \mu\text{m}$ 인 고순도 알루미늄 분말(Linde A, Union Carbide Corp., Indianapolis, IN)로 성형된 압축 시편에 0.52~19 MPa의 다양한 일축 압축 응력을 가한 소결 실험을 하여 시간에 따른 축변형률 및 결정립 크기 등을 측정하였다.

식 (9)에 포함된 초기 상대밀도  $\rho_0$ 는 그 선택에 의하여 치밀화의 초기 단계에서의 시간에 따른 상대밀도 및 축변형률 등의 계산치가 민감하게 변하게 되므로 Du와 Cocks<sup>9)</sup>는  $\rho_0$ 를 재료상수들과 같이 실험치로부터 결정하였다. 하지만 본 논문에서는 초기 상대밀도  $\rho_0$ 의 값을 실제 실험<sup>10)</sup>에 사용된 분말 성형체의 초기 상대밀도인  $\rho_0=0.42$ 를 사용하였다.

식 (9)과 (18)에 포함된 재료상수  $C_1$ ,  $C_2$  및  $k_1$ 은 일축

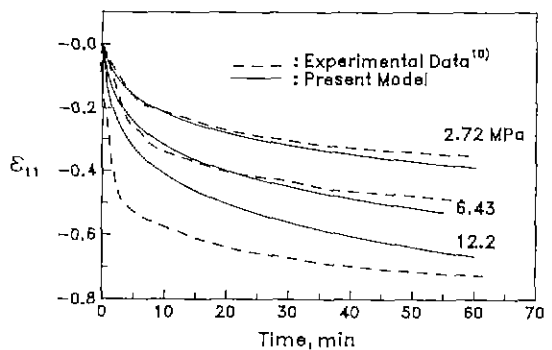


Fig. 3. Comparisons between experimental creep axial strain-time data (dashed) of Venkatachari and Raj<sup>10)</sup> with theoretical results (solid) from eq. (9), (14), and (19) during sinter forging of alumina powder compacts at 1500°C.

압축 소결의 실험치<sup>10)</sup>와 계산치의 비교에 의하여 시행 오차범위로 결정하였다. 여기서  $C_1=2.6$ ,  $C_2=1.5$  및  $k_1=1.2$ 를 구하였다. 위에서 구한 재료상수  $C_1$ ,  $C_2$  및 초기 상대밀도  $\rho_0$ 를 식 (15)와 (16)에 대입하면  $C_3=3.5$ 와  $C_4=6.9$ 를 각각 구할 수 있다. 여기서 구해진  $C_3=3.5$ 는 상대밀도가 1인 기공이 없는 재료의 확산 크리프 모델에서 대략  $C_3=5.2$ 임을 고려할 때<sup>24)</sup> 비교적 타당한 값을 알 수 있다.

식 (9)와 식 (14)의 크리프 변형률 속도의 구성 방정식으로부터 크리프 변형률을 계산할 때 초기 일축 압축 하중을 가한 직후 상대밀도의 초기치  $\rho_0$ 가 필요하며 이 값들은 초기에 가해진 축하중의 크기에 따라 다른 값을 갖게 된다. 그러나 압축응력이 비교적 작을 때 변화될 수 있는 상대밀도의 크기는 매우 작으므로<sup>22,23)</sup> 12.2 MPa 이하의 모든 하중에 대하여 같은 상대밀도의 초기치  $\rho_0$ 를 갖는다고 가정하였으며 실험치로부터 구해진 상대밀도의 초기치  $\rho_0=0.64$ 이다. 또한, 초기 결정립의 크기  $G_0$ 는 일축 압축 소결의 실험치<sup>10)</sup>로부터 축하중의 크기에 관계없이 대략  $G_0=0.68 \mu\text{m}$ 로 구하였다.

Fig. 3은 초기에 가해진 압축 응력이 각각 2.72 MPa, 6.43 MPa 및 12.2 MPa인 경우 시간에 따른 축변형률  $\epsilon_{11}$ 의 실험치들<sup>10)</sup>(점선)과 이상에서 구한 재료상수들을 사용하여 식 (9), (14) 및 (19)로부터 구한 계산치(실선)들을 각각 나타낸다. 여기서 압축하중이 12.2 MPa인 경우 계산치가 실험치를 다소 작게 예측하고 있으나 계산치들은 실험치와 비교적 잘 일치하고 있음을 알 수 있다.

Fig. 4는 초기에 가해진 압축 응력이 각각 2.72 MPa, 6.43 MPa 및 12.2 MPa인 경우 시간에 따른 상대밀도

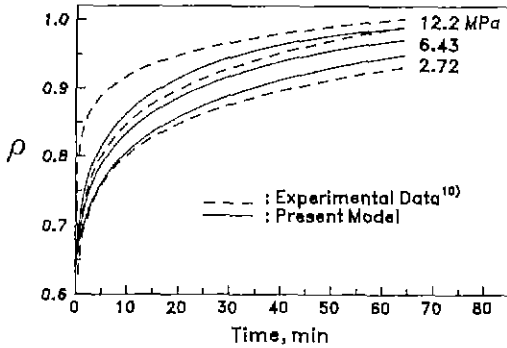


Fig. 4. Comparisons between experimental creep densification data (dashed) of Venkatachari and Raj<sup>10)</sup> with theoretical results (solid) during sinter farging of alumina powder compacts.

변화의 실험치들<sup>10)</sup>(점선)과 식 (9), (14) 및 (19)로부터 구한 계산치(실선)들을 각각 나타낸다. 여기서 계산치들은 실험치와 비교적 잘 일치하고 있음을 알 수 있다.

### 3.2. 가압 소결(hot pressing)

손전석 등<sup>11)</sup>은 평균 입자크기가 0.25 μm인 고순도 알루미나 분말(AL-160SG-1, Showa Keikinzo Co. Ltd., Tokyo, Japan)을 사용하여 상온 반복 압축하중을 가한 경우와 상온 반복하중을 가하지 않은 상태에서 가압소결을 각각 하여 치밀화와 결정립 성장을 조사하였다. 본 논문에서는 Venkatachari와 Raj<sup>10)</sup>의 일축 압축 소결의 실험치로부터 구한 재료상수를 사용하여 손전석 등<sup>11)</sup>이 구한 가압 소결의 실험치와 구성이론을 비교 검토하였다.

가압소결시 금형 벽면과 알루미나 분말 사이의 마찰이 없는 경우로 이상화하여 원통형 좌포계를 고려하면 다음과 같은 조건을 쓸 수 있다.

$$\sigma_{rr} = \sigma_{\theta\theta}, \dot{\epsilon}_{rr} = 0 \tag{20}$$

여기서  $\sigma_{rr}$ 은 반경 방향 즉, 금형 벽면으로 가해지는 응력이며,  $\dot{\epsilon}_{rr}$ 은 금형 반경 방향의 변형률 속도이다. 식 (20)의 조건과 식 (9) 및 (14)로부터 반경 방향의 응력  $\sigma_{rr}$ 을 가해진 축응력  $\sigma_{zz}$ 의 항으로 나타낼 수 있으며, 수치적분을 사용하여 시간에 따른 축방향의 변형률  $\dot{\epsilon}_{zz}$  및 상대밀도의 변화 등을 계산할 수 있다.

구성이론에 포함된 재료상수들중 식 (19)에 포함된 재료상수인  $k_1$ 의 값은 가압 소결의 실험치<sup>11)</sup>와 계산치의 비교에 의하여 구할 수 있으며 구해진  $k_1=2.7$ 이다. 또한, 가압 소결의 실험에서 상온 반복 압축하중을 가한 경우 초기 상대밀도  $\rho_0=0.52$ 이며 상온 반복 하중을 가하지

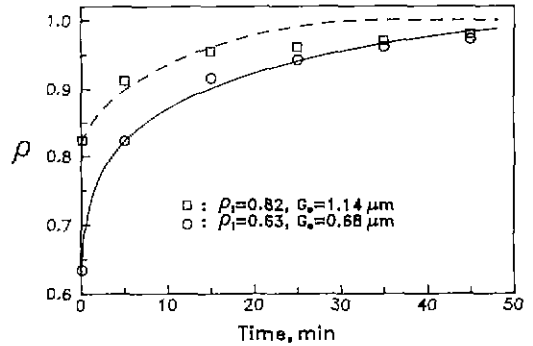


Fig. 5. Comparisons between experimental creep densification data ( $\square$ ,  $\circ$ ) of Son *et al.*<sup>11)</sup> with theoretical results (dashed, solid) from eq. (9), (14), and (19) during hot pressing of alumina powder compacts at 1550°C.

않은 경우 초기 상대밀도  $\rho_0=0.29$ 이다<sup>11)</sup>.

Fig. 5는 금형에 가해진 압축응력이 10 MPa인 경우 시간에 따른 상대밀도 변화의 실험치<sup>11)</sup>( $\square$ ,  $\circ$ )와 구성 방정식인 식 (9), (14) 및 (19)로부터 구한 계산치(점선, 실선)들을 각각 나타낸다. 여기서  $\square$ 의 실험치는 냉간 반복 압축하중을 가한 후 고온 금형 압축 크리프 실험을 수행한 경우로 초기 결정립의 크기  $G_0=1.14 \mu\text{m}$ 이며 압축하중이 가해진 직후의 상대밀도  $\rho_i=0.82$ 이다 또한  $\circ$ 의 실험치는 냉간 반복 하중을 가하지 않은 상태에서 고온 금형 압축 크리프 실험을 수행한 경우로 초기 결정립의 크기  $G_0=0.68 \mu\text{m}$ 이며 금형 압축하중이 가해진 직후의 상대밀도  $\rho_i=0.63$ 이다. 각각의 경우 계산치들이 실험치와 잘 일치하고 있음을 알 수 있다.

Fig. 6은 금형에 가해진 압축응력이 10 MPa일 때 초기 결정립의 크기가 각각 0.68 μm과 1.14 μm인 경우 시간에 따른 결정립 성장의 실험치<sup>10)</sup>( $\circ$ ,  $\square$ )와 구성 방정식인 식 (9), (14) 및 (19)로부터 구한 계산치(실선, 점선)들을 각각 나타낸다. 여기서 금형 압축하중이 가해진 직후의 상대 밀도  $\rho_i=0.82$ 인 실험치( $\square$ )의 경우 압축하중이 가해진 직후의 상대밀도  $\rho_i=0.63$ 인 실험치( $\circ$ )에 비하여 시간에 따른 변형량이 작으므로 결정립 성장속도가 더 느리게 되어 초기 결정립의 크기는 2배 가량 크지만 45분 후에는  $\rho_i=0.63$ 인 실험치에 비하여 결정립의 크기가 더 작음을 알 수 있다. 이와같은 실험치는 점선 및 실선으로 표시된 계산치와 잘 일치하고 있음을 알 수 있다.

Fig. 7은 금형에 가해진 압축응력이 10 MPa일 때 초기 결정립의 크기가 각각 0.68 μm과 1.14 μm인 경우 상대 밀도의 변화에 따른 결정립 성장의 실험치<sup>10)</sup>( $\circ$ ,  $\square$ )와

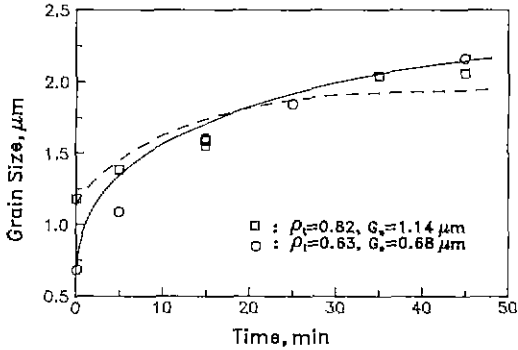


Fig. 6. Comparisons between experimental grain growth data (□, ○) of Son *et al.*<sup>11)</sup> with theoretical results (dashed, solid) during hot pressing of alumina powder compacts.

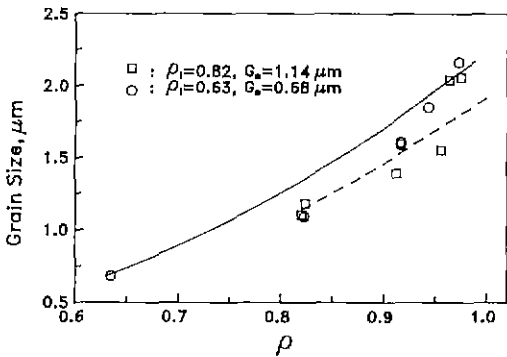


Fig. 7. Comparison between experimental relative density-grain growth relations (□, ○) of Son *et al.*<sup>11)</sup> with theoretical results (dashed, solid) during hot pressing of alumina powder compacts.

구성 방정식인 식 (9), (14) 및 (19)로부터 구한 계산치 (실선, 점선)들을 각각 나타낸다. 여기서도 계산치들이 실험치와 비교적 잘 일치하고 있음을 알 수 있으며 상대밀도가 커짐에 따라 결정립이 성장하는 경향을 보이고 있음을 알 수 있다.

Fig. 8은 금형에 가해진 압축응력이 10 MPa일 때 초기 결정립의 크기가 각각 0.68 μm과 1.14 μm인 경우 식 (9), (14) 및 (19)로부터 구한 상대밀도의 변화에 따른 반경 방향으로 작용하는 응력  $\sigma_r$ 의 계산치(실선, 점선)들을 각각 나타낸다. 여기서 상대밀도 0.9 이하의 초기 치밀화 단계에서는 반경방향의 압축응력은 대략 2 MPa 정도로 완만한 증가를 보이나 상대밀도 0.9 이상에서는 반경방향의 압축응력이 급격히 증가하여 상대밀도가 1에 가까워짐에 따라 금형에 가해진 축방향의 압축응력  $\sigma_z = 10$

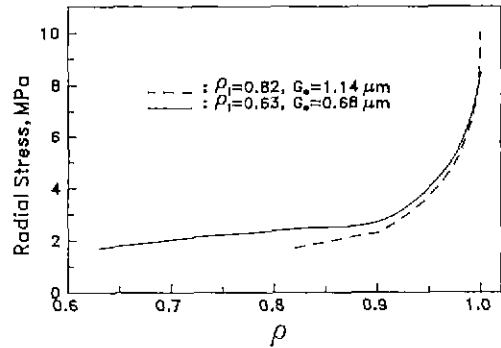


Fig. 8. Theoretical results of relative density-radial stress relations from eq. (9), (14), and (19) during hot pressing of alumina powder compacts at 10 MPa.

MPa에 접근하고 있음을 알 수 있다. 이와같이 상대밀도 0.9를 전후로 반경방향의 압축응력의 크기에 큰 변화를 보이는 이유는 실제 변형중 치밀화가 제 1단계에서 제 2단계로 순간적으로 변화되는 것이 아니라 1단계와 2단계 사이에 천이 단계(transition stage)가 존재하여<sup>23)</sup> 상대밀도 0.9를 전후로 점차적으로 제 2단계로 변화하게 되지만 본 연구에서는 구성이론을 간단히 하기 위하여 이러한 천이 단계를 고려하지 않고 구성이론을 적용하였기 때문이다.

이상에서와 같이 본 논문에서 제안된 구성이론 즉, 크리프 변형률 속도식과 결정립 성장속도식들은 추후 실제 세라믹 소재의 제조공정에 유용하게 사용될 수 있도록 유한 요소 해석 코드에 적용할 계획이며 이를 통하여 보다 효율적인 세라믹 제조공정의 개발이 가능할 것이다.

#### 4. 결 론

세라믹 분말 성형체의 고온 변형거동을 해석하기 위하여 본 논문에서 제안된 구성이론과 실험치들의 비교 검토를 통하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) Rahaman 등과 Helle 등이 제안한 구성 방정식들로부터 구해진 크리프 변형률 속도식 및 새로운 형태의 결정립 성장속도식은 식 내부에 포함된 세개의 재료상수  $C_1$ ,  $C_2$  및  $k_1$ 을 실험치와의 비교로부터 구할 수 있으며 알루미늄 분말 성형체의 일축 압축 하중하의 크리프 실험치 및 금형 압축 크리프의 실험치와 비교적 잘 일치하였다.

2) 분말 성형체의 결정립 성장의 내부 변수로서 시간,

결정립 크기 및 변형률 속도를 가정하여 실험치를 잘 예측할 수 있었다. 그러나 본 논문에서 제안된 결정립 속도식이 다른 하중 조건이나 온도 등의 변화에 따른 실험치를 잘 예측할 수 있는지를 판단하기 위해서는 추가적인 실험적 연구가 요구된다.

## REFERENCES

1. E. Dorre and H. Hubner, Alumina, Processing. Properties, and Applications, Springer-Verlag, New York (1984).
2. J. Besson and M. Abouaf, "Grain Growth Enhancement in Alumina During Hot Isostatic Pressing," *Acta metall. mater.*, **39**(10), 2225-2234 (1991).
3. J. Besson and M. Abouaf, "Rheology of Porous Alumina and Simulation of Hot Isostatic Pressing," *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**(8), 2165-2172 (1992).
4. J. Xu and R.M. McMeeking, "An Analysis of The Effect of The Can in an Isostatic Pressing of Copper Powder," *Int. J. Mech. Sci.*, **34**(2), 167-174 (1992).
5. A.S. Helle, K.E. Easterling, and M.F. Ashby, "Hot-Isostatic Pressing Diagrams: New Developments," *Acta metall.*, **33**(12), 2163-2174 (1985).
6. R.K. Bordia and G.W. Scherer, "On Constrained Sintering—I. Constitutive Model for a Sintering Body," *Acta metall.*, **36**(9), 2393-2397 (1988).
7. R.K. Bordia and G.W. Scherer, "On Constrained Sintering—II. Comparison of Constitutive Models," *Acta metall.*, **36**(9), 2399-2409 (1988).
8. R.M. McMeeking and L.T. Kuhn, "A Diffusional Creep Law for Powder Compacts," *Acta metall. mater.*, **40**(5), 961-969 (1992).
9. Z.-Z. Du and A.C.F. Cocks, "Constitutive Models for the Sintering of Ceramic Components—I. Material Models," *Acta metall. mater.*, **40**(8), 1969-1979 (1992).
10. K.R. Venkatachari and R. Raj, "Shear Deformation and Densification of Powder Compacts," *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**(6), 499-506 (1986).
11. 손건석, 서 정, 백성기, 김기태, "상온 반복압축 후 가압소결에 의한 알루미늄 분말의 소결특성—치밀화와 결정립 성장 및 파괴인성," *한국요업학회지*, **30**(1), 62-68 (1993).
12. M.F. Ashby, Background Reading, HIP 6.0. Univ. of Cambridge (1990).
13. M.N. Rahaman, L.C. De Jonghe, and R.J. Brook, "Effect of Shear Stress on Sintering," *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**(1), 53-58 (1986).
14. C.H. Hsueh, A.G. Evans, R.M. Cannon, and R.J. Brook, "Viscoelastic Stresses and Sintering Damage in Heterogeneous Powder Compacts," *Acta metall.*, **34**(5), 927-936 (1986).
15. H.J. Frost and M.F. Ashby, Deformation-Mechanism Maps, The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics, Pergamon Press (1982).
16. R.L. Coble, "Diffusional Models for Hot Pressing with Surface Energy and Pressure Effects as Driving Forces," *J. Appl. Phys.*, **41**(12), 4798-4807 (1970).
17. G.C. Kuczynski, "Sintering and Grain Structure," *Mater. Sci. Monogr.*, **8**, 44-52 (1981).
18. R.L. Coble, "Sintering Crystalline Solids. II. Experimental Test of Diffusion Models in Powder Compacts," *J. Appl. Phys.*, **32**(5), 793-799 (1961).
19. K. Uematsu, K. Itakura, N. Uchida, K. Saito, A. Miyamoto, and T. Miyashita, "Hot Isostatic Pressing of Alumina and Examination of the Hot Isostatic Pressing Map," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**, 74-78 (1990).
20. D.S. Wilkinson and C.H. Cáceres, "On the Mechanism of Strain-Enhanced Grain Growth During Superplastic Deformation," *Acta metall.*, **32**(9), 1335-1345 (1984).
21. E. Arzt, M.F. Ashby, and R.A. Verrall, "Interface Controlled Diffusional Creep," *Acta metall.*, **31**(12), 1977-1989 (1983).
22. E. Arzt, M.F. Ashby, and K.E. Easterling, "Practical Application of Hot-Isostatic Pressing Diagrams: Four Case Studies," *Metall. Trans.*, **14A**(2), 211-221 (1983).
23. N.A. Fleck, L.T. Kuhn, and R.M. McMeeking, "Yielding of Metal Powder Bonded by Isolated Contacts," *J. Mech. Phys. Solids*, **40**(5), 1139-1162 (1992).