

냉간 조합압축과 상압소결에 의한 세라믹 분말의 정밀정형과 유한요소해석

이형만* · 김홍기* · 김기태**
(1999년 6월 24일 접수)

Near-Net-Shape Forming and Finite Element Analysis for Ceramic Powder Under Cold Combination Pressing and Pressureless Sintering

Hyung Man Lee, Hong Ki Kim and Ki Tae Kim

Key Words : Near-Net-Shape Forming(정밀정형성형), Combination Pressing(조합압축), Die Pressing(금형압축), Cold Isostatic Pressing(냉간 정수압압축), Pressureless Sintering(상압소결), Finite Element Analysis(유한요소해석), Zirconia Powder(지르코니아 분말)

Abstract

Near-net-shape forming of zirconia powder was investigated under the combination of cold die and isostatic pressing and pressureless sintering. A novel combination pressing technique, i.e., die compaction under cold isostatic pressing, allowed to produce a complex shaped ceramic powder compact with the controlled dimensions and relatively uniform density distributions. The constitutive models proposed by Kim and co-workers for densification of ceramic powder under cold compaction and high temperature were implemented into a finite element program (ABAQUS). Experimental data for relative density distributions and deformations of zirconia powder compacts produced by cold combination pressing and pressureless sintering were compared with finite element results. Finite element results agreed well with experimental data.

1. 서 론

세라믹은 금속에 비해 가볍고 내열성, 내마모성, 경도 및 고온강도 등이 우수하여 자동차용 부품 등의 신소재로서 각광을 받고 있다. 세라믹 부품 성형공정은 부품의 크기, 형상 및 치수의 정밀도에 따라 다르게 선택된다. 보편적으로 세라믹 부품은 예비성형체를 제조하고 이를 가압소결 또는 열간 등가압 소결하여 최종부품으로 성형한다. 예비성형체의 제조방법으로는 금형압축, 정수압압축 및 톨압축 또는 이들을 조합한 성형공정 등이 사용되고 있다.⁽¹⁾ 금형압축 공정은 정밀정형이 가

능하고 공정시간이 비교적 빠른 반면, 복잡한 형상의 성형이 어렵고 금형의 제작으로 인한 비용이 많이 드는 단점이 있다. 정수압압축 성형공정은 균일한 밀도분포와 좋은 물성을 갖는 성형체 제조가 가능한 반면, 추가가공과 공정시간이 길어지는 단점이 있다.⁽²⁾

세라믹 소재의 응용에는 제조와 가공공정의 어려움 및 열 또는 기계적 충격에 대한 취약성 등의 문제점들이 있다. 우수한 기계적 특성을 갖는 세라믹 부품의 성형을 위해서는 잔류 기공을 최소화시킬 수 있고 결정립 성장을 최대한 억제할 수 있으며 최종형상에 가까운 부품을 성형할 수 있는 정밀정형 공정을 찾아야 한다.⁽²⁾ 세라믹 부품의 정밀정형 성형을 위해서는 단순한 시행착오가 아닌 세라믹의 상온과 고온에서의 치밀화 거동과 결정립 성장을 예측할 수 있는 구성모델을 이용하여 제조공정을 해석하는 이론적 연구가 필수적이다.

* 포항공과대학교 대학원 기계공학과

** 회원, 포항공과대학교 기계공학과

E-mail : korean@postech.ac.kr

TEL : (0562)279-2164 FAX : (0562)279-5899

세라믹 분말의 상온에서의 치밀화 거동에 관련된 구성모델로는 Mohr-Coulomb 모델⁽³⁾과 모래 분말을 위하여 개발된 double hardening 모델⁽⁴⁾을 사용해 왔으며, Shima와 Mimura⁽⁵⁾는 순철 분말과 구리 분말로부터 유도된 모델을 사용하였다. 또한, Bortzmeyer⁽⁶⁾는 cap 모델을 제안하였으며, Aydin⁽⁷⁾은 수정된 Drucker-Prager/cap 모델을 사용하였다. 최근에 Choi와 Kim⁽⁸⁾은 삼축 압축실험으로부터 냉간 압축하에서의 지르코니아와 알루미늄 분말의 치밀화 구성방정식으로 hyperbolic cap 모델을 제안하고, 이를 유한요소해석에 적용하여 냉간 압축성형에서의 실험치와 비교 분석하였다.

Kwon과 Kim^(9,10)은 세라믹 분말의 고온 치밀화와 결정립 성장에 대한 구성모델을 제안하였으며, 이를 유한요소해석에 적용하여 알루미늄 분말의 상압소결, 일축 압축소결, 고온 금형압축, 및 열간 등가압소결에서의 실험치와 비교 분석하였다.

세라믹 분말의 치밀화 구성모델을 사용한 세라믹 부품의 정밀정형 공정에 대한 연구는 아직 많이 수행되지 않았다. Olevsky 등⁽¹¹⁾은 니켈 파우더의 열간 등가압소결에 의한 형상변화를 유한요소해석을 사용하여 예측하여 실린더 형상을 최적화하였다. Kim 등⁽¹²⁾은 가압소결과 열간 등가압소결에 의한 알루미늄 분말의 정밀정형을 조사하였으며, Keller 등⁽¹³⁾은 큰 면적비, 날카로운 모서리, 및 큰 마찰력을 갖는 세라믹 분말의 치밀화 공정을 예측하기 위하여 유한요소해석을 사용하였다.

본 논문에서는 냉간 금형압축과 냉간 정수압압축 성형방법의 각 장점을 고려하여 냉간 정수압하에서 정밀한 형상제어를 위해 고무몰드 대신 금형을 사용하는 조합압축 성형법을 제안하였다. 또한, 상온 및 고온에서 세라믹분말의 치밀화 성형공정의 체계적인 해석을 위하여 삼축 압축실험에서 구한 구성모델과 확산 크리프에 의한 치밀화 모델 및 결정립 성장 모델 등을 유한요소해석에 적용하여 지르코니아 분말의 냉간 조합압축과 상압소결에서의 치밀화 성형공정을 해석하고 실험치와 비교 검토하였다.

2. 이론적 배경

2.1 상온 치밀화를 위한 구성방정식

본 논문에서는 세라믹 분말의 치밀화를 위한 압축성형시 재하(unloading) 또는 재가압(reloading) 과정에서 나타날 수 있는 비가역(irreversible)변형은 무시하였으며, 세라믹 분말의 치밀화 거동은 하중속도에는 거의 영향을 받지 않는다고 가정하

였다. 이러한 제약 조건으로부터 세라믹 분말의 치밀화 거동을 탄성-비탄성으로 구분하였다.⁽¹⁴⁾ 따라서, 전체 변형을 속도 성분 $\dot{\epsilon}_{ij}$ 는 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \dot{\epsilon}_{ij}^{(el)} + \dot{\epsilon}_{ij}^{(in)} \quad (1)$$

여기서 $\dot{\epsilon}_{ij}^{(el)}$ 와 $\dot{\epsilon}_{ij}^{(in)}$ 는 각각 탄성 변형을 속도 성분과 비탄성 변형을 속도성분을 나타낸다. 또한, Hooke의 법칙으로부터 응력성분 σ_{ij} 는 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$\sigma_{ij} = D_{ijkl}^{(el)} \epsilon_{kl}^{(el)} \quad (2)$$

여기서 $D_{ijkl}^{(el)}$ 는 4차 탄성계수를 나타낸다. 또한, 비탄성 변형을 속도성분 $\dot{\epsilon}_{ij}^{(in)}$ 는 다음과 같이 쓸 수 있다.⁽¹⁴⁾

$$\dot{\epsilon}_{ij}^{(in)} = \dot{\lambda} \frac{\partial f}{\partial \sigma_{ij}} \quad (3)$$

여기서 f 는 항복함수이며, $\dot{\lambda}$ 는 양의 상수이다.

Choi와 Kim⁽⁸⁾이 삼축 압축실험으로부터 제안한 hyperbolic cap 모델은 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$f(p, q, D) = q + \cosh\{A(D) \cdot p\} - B(D) \quad (4)$$

$$q = 1.41 p \quad (5)$$

여기서 p , q and D 는 각각 정수응력, 편차응력, 및 상대밀도를 나타내며, 식 (4)에서 지르코니아 분말의 경우 $A(D)$ 와 $B(D)$ 는 각각 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$A(D) = 0.00019204 D^{-7.0082}$$

$$B(D) = 31955 D^{7.9146}$$

상대밀도의 변화율 \dot{D} 은 질량 불변의 법칙으로부터 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$\dot{D} = -D\dot{\epsilon}_{kk}^{(in)} \quad (6)$$

냉간 조합압축에 의한 세라믹 분말의 치밀화 거동을 해석하기 위하여 위의 구성방정식들을 유한요소해석 프로그램인 ABAQUS⁽¹⁵⁾의 사용자 정의 서브루틴 UMAT에 적용하였다. 유한요소해석에서 이용한 구성방정식의 수치 적분은 Aravas⁽¹⁶⁾에 의하여 제안된 후방오일러법(backward Euler method)에 의하여 수행되었다.

2.2 고온 치밀화를 위한 구성방정식

세라믹 분말의 치밀화 거동은 일반적으로 상대밀도 $D=0.9$ 이하의 초기단계와 $D=0.9$ 이상인 말기 단계의 두 단계로 크게 나누어 고려한다.^(17,18) 상

상소결에서의 세라믹 분말의 주된 치밀화기구로는 확산 크리프를 고려하였다.^(9,10)

확산 크리프에 의한 크리프 변형률 속도 $\dot{\epsilon}_{ij}^c$ 은 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$\dot{\epsilon}_{ij}^c = \frac{\sigma'_{ij}}{2\mu} + \frac{1}{3K}(\sigma_m - \sigma_s)\delta_{ij} \quad (7)$$

여기서

$$\sigma_m = -\frac{1}{3}\sigma_{kk}$$

μ , K , σ'_{ij} 및 δ_{ij} 는 각각 분말 성형체의 상당 전단 점성계수, 상당 체적 점성계수, 가해진 응력의 편차성분 및 크로넬커 델타(Kronecker delta)를 나타낸다. 상압소결시의 소결 구동력을 나타내는 σ_s 는 상대밀도에 따라 크게 변하지 않으므로 본 논문에서는 지르코니아 실험치와 가장 잘 일치하는 값인 0.5 MPa을 모든 상대밀도 구간에 적용하였다.⁽¹⁹⁾

Kwon과 Kim^(9,10)은 식 (7)의 상당 전단 점성계수 μ 와 상당 체적 점성계수 K 를 구하여 초기와 말기단계에서의 크리프 포텐셜과 크리프 변형률 속도식을 각각 다음과 같이 구하였다.

초기단계($D_0 < D < 0.9$)에서의 크리프 변형률 속도식은 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$\dot{\epsilon}_{ij}^c = \frac{(1-D_0)}{D(D-D_0)} \frac{\mathcal{D}_{eff}^{(a)} \Omega}{kTR^3} \left\{ \frac{3C_1}{2D} \sigma'_{ij} + C_2 \frac{(1-D_0)}{(D-D_0)} (\sigma_m - \sigma_s) \delta_{ij} \right\} \quad (8)$$

여기서

$$\mathcal{D}_{eff}^{(a)} = \delta \mathcal{D}_b + R(D-D_0) \mathcal{D}_v$$

식 (8)에서 D_0 , $\mathcal{D}_{eff}^{(a)}$, Ω , k , R 및 T 는 각각 초기 상대밀도, 초기단계에서의 유효 확산계수, 원자 체적, 볼츠만 상수, 입자의 반경 및 절대온도를 나타낸다. 또한 δ , \mathcal{D}_b 및 \mathcal{D}_v 는 각각 입계의 두께, 입계 확산계수 및 체적 확산계수를 나타낸다. 식 (8)에서 C_1 은 재료상수이며 C_2 는 같은 크기의 구형분말 입자의 성형을 가정한 경우 43/3이 되어야 하나⁽¹⁷⁾ 실제 실험에 사용한 분말 입자의 경우 크기가 일정하지 않고 형상도 완전한 구형이 아님을 고려하여 실험치로부터 결정되는 재료상수로 가정하였다.

말기단계($0.9 < D < 1$)에서의 크리프 변형률 속도식은 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$\dot{\epsilon}_{ij}^c = \frac{1}{D} \frac{\mathcal{D}_{eff}^{(b)} \Omega}{kTR^3} \left\{ \frac{3C_3}{2} \sigma'_{ij} + C_4 (1-D)^{1/2} (\sigma_m - \sigma_s) \delta_{ij} \right\} \quad (9)$$

여기서

$$\mathcal{D}_{eff}^{(b)} = \delta \mathcal{D}_b + R \left(\frac{1-D}{6D} \right)^{1/3} \mathcal{D}_v$$

식 (9)의 $\mathcal{D}_{eff}^{(b)}$ 는 치밀화의 말기단계에서의 유효 확산계수이다. 또한, C_3 는 재료상수이며 C_4 는 C_2 와 같은 이유로 실험치로부터 결정되는 재료상수로 가정하였다.

2.3 상압소결시 결정립 성장속도식

상압소결시의 세라믹 분말의 결정립 성장속도식은 다음과 같이 쓸 수 있다.⁽²⁰⁾

$$\dot{G}_s = \frac{k}{G^m} \quad (10)$$

식 (10)에서 G 는 결정립의 크기를 나타내며 m 은 재료상수이다. 또한, k 는 온도의 함수로서 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$k = k_0 \exp(-Q_s / RT) \quad (11)$$

식 (11)에서 k_0 는 실험치로부터 결정되는 재료상수이며 Q_s 와 R' 은 각각 상압소결시의 활성화 에너지와 가스상수를 나타낸다.

3. 실험

본 논문에서는 냉간 조합압축과 상압소결에 의한 세라믹 분말의 정밀정형 공정을 수행하기 위하여 3 mol% Y_2O_3 가 첨가된 지르코니아 분말(HSY-3.0, Daiichi-Kigenso Kagaku Kogyo Co. Ltd., Japan)을 사용하였다. 실험에 사용된 지르코니아 분말의 물성치와 재료상수는 Choi와 Kim⁽⁹⁾과 Kim 등⁽¹⁹⁾이 사용한 값을 참조하였다. 냉간 조합압축하에서 제조할 성형체의 형상은 원사를 여러가닥으로 꼬아서 자동차용 시트제작에 필요한 실을 생산하는데 사용되는 노즐(jet core)을 모델로 하였으며 성형체의 제조를 위해 분리형 금형을 제작하였다.

Fig. 1은 분말성형체의 제조에 사용된 냉간 조합압축 실험장치의 개략도를 나타낸다. Fig. 1과 같이 단면적비가 4.9인 상부와 하부 펀치에 정수압을 가하여 동일한 압력으로 성형을 하였다. 일반적인 냉간 금형압축성형은 정밀한 형상제어가 가능하지만 단면적이 다른 상부와 하부 펀치에 다

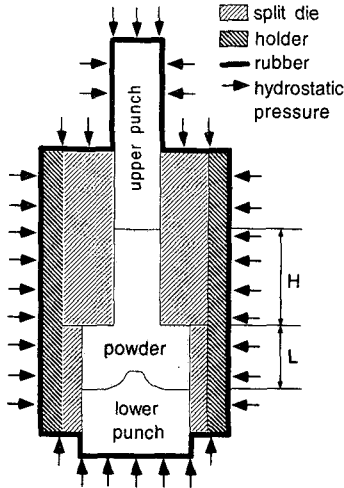


Fig. 1 A split die mold set for combination pressing by die pressing under cold isostatic pressing

른 힘을 가하여 동일한 압력으로 성형을 할 수가 없다. 또한, 일반적인 냉간 정수압 압축성형으로는 정밀한 형상제어를 할 수가 없다. Fig. 1에 나타낸 실험장치는 두 가지 성형방법의 장점을 고려하여 정밀한 형상제어와 단면적이 다른 상부와 하부 펀치에 동일한 압력으로의 성형이 가능하도록 하였다.

3.1 시편 준비

냉간 조합압축을 위해 지르코니아 분말을 초기 상대밀도 0.2가 되도록 진동 충전기를 사용하여 금형에 채웠다. 또한, 금형 내부의 마찰을 줄이기 위해 금형의 내부벽면에 흑연코팅을 하였다.

냉간 조합압축에서 지르코니아 분말을 채운 금형의 상부(H)와 하부(L)의 치수와 제조된 분말성형체의 치수를 Table 1에 나타내었다. 상부와 하부에 각각 7.01 g과 15.47 g의 분말을 사용하였다. 또한, 상부와 하부에서의 충전된 분말의 치수가 성형 후 분말성형체의 치수와 상대밀도에 미치는 영향을 조사하기 위해 Table 2와 같은 치수로 분말을 충전하였다. 상부와 하부에 각각 7.58 g과

Table 1 Comparisons between experimental data and finite element results for the geometry of a sample under cold combination pressing (unit:mm)

Process		Height	
		Exp.	F.E.M
Random packing with vibration	H	57.40	—
	L	26.12	—
Combination pressing	H	25.70	25.91
	L	10.34	10.29

9.24 g의 분말을 사용하였다. Table 2의 냉간 조합압축에서 구한 분말성형체를 사용하여 상압소결 실험을 하였다.

3.2 실험 방법

원통형상의 금형 홀더를 제작하여 그 내부에 6개의 볼트로 고정된 분리 금형을 장착하고 방수를 위하여 홀더 외부를 고무몰드로 밀봉하였다. 금형 홀더의 치수는 높이 97.0mm, 안지름 49.6mm 및 두께 7.4mm이다. 밀봉된 고무몰드의 양쪽 끝의 고무튜브를 진공펌프에 연결하여 분말이 채워진 금형내부의 공기를 제거하였다. 고무몰드로 밀봉된 금형을 냉간 정수압 성형기(ABB Autoclave Systems Inc., USA)에서 240 MPa의 정수압으로 냉간 조합압축을 하였다.

상압소결 실험은 진공로에서 수행하였으며, 승온시 시편내부의 온도구배를 작게하기 위하여 100℃에서 400℃까지는 5℃/min으로 승온하고 400℃에서 800℃까지는 10℃/min으로 승온하였다. 800℃에서 20min 동안 온도를 유지시켜 주어 소결로의 온도 분위기를 균일하게 하였으며, 800℃에서 1450℃까지는 10℃/min으로 승온하고 시편의 소결온도인 1450℃에서 10시간 유지한 후 바로 전원을 차단하여 자연냉각이 되도록 하였다.

3.3 밀도분포의 측정

분말성형체의 상대밀도 분포는 경도와 상대밀도의 관계를 이용하여 간접적으로 측정할 수 있

Table 2 Comparisons between experimental data and finite element results for the geometry of a sample under cold combination pressing and pressureless sintering (unit:mm)

		Height		Diameter	
		Exp.	F.E.M	Exp.	F.E.M
Random packing with vibration	H	62.13	—	—	—
	L	15.77	—	—	—
Combination pressing	H	28.50	28.13	—	—
	L	5.96	6.15	—	—
Pressureless sintering	H	22.30	21.98	8.82	8.79
	L	4.83	4.89	19.75	19.81

다.^(21,22) Abe 등⁽²¹⁾은 비커스(Vickers) 경도 값을 사용하여 냉간 정수압 압축으로 성형된 세라믹 분말 성형체 내의 밀도구배를 구하였으며, Rajab 과 Coleman⁽²²⁾은 복잡한 형상의 순철 분말 성형체 내의 밀도분포를 구하기 위하여 비커스 경도 값을 사용하였다.

본 논문에서는 비커스 경도와 상대밀도의 관계를 구하기 위하여 내부직경 11.284 mm의 금형에서 40 MPa를 가압하여 시편을 제조하였으며 이 시편을 다시 50~260 MPa의 정수압으로 성형하였다. 시편은 1000℃에서 진공분위기로 40 min 동안 소둔한 후 알키드 락카(alkyd lacquer)로 물이 침투하지 않도록 얇게 코팅을 하여 Archimedes 방법으로 상대밀도를 측정하였다. 또한, 시편의 경도 측정을 위하여 다이아몬드 휠을 사용하여 길이방향으로 시편의 중앙단면을 절단하고 1000℃에서 40 min 동안 소둔한 후 100 g의 하중을 15초간 가하여 각 시편에서 9개의 경도값을 측정하였다. 측정된 각 시편의 비커스 경도값들을 평균하여 경도와 상대밀도와의 상관 관계식을 구하였다.

냉간 조합압축으로 제조한 분말성형체를 다이아몬드 휠을 사용하여 길이방향으로 시편의 중앙단면을 절단하고 1000℃의 온도에서 진공분위기로 40 min 동안 소둔하였다. 절단면에서 101개의 경도값을 측정하고 경도와 상대밀도와의 상관 관계식을 사용하여 분말성형체의 상대밀도 분포를 구

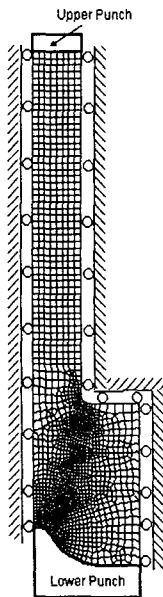


Fig. 2 Finite element meshes and boundary conditions for cold combination pressing

하였다. 여러지점에서 분말성형체의 치수를 측정하여 부피를 구하였으며, 평균 상대밀도는 시편의 질량과 측정된 부피로부터 구하였다. 또한, 유한요소해석에서의 시편의 평균 상대밀도는 다음의 관계식으로부터 구하였다.

$$D_{ave} = \frac{\sum_{j=1}^M D_j V_j}{\sum_{j=1}^M V_j} \quad (12)$$

여기서, D_j , V_j 및 M 은 각각 i 번째 요소의 상대밀도, 체적 및 전체요소의 개수를 나타낸다.

4. 실험 결과 및 해석

본 논문에서는 냉간 조합압축으로 제조된 분말성형체와 이를 상압소결하여 얻은 시편의 실험 결과와 유한요소해석 결과를 비교 검토하였다. Choi와 Kim⁽⁸⁾이 삼축압축실험을 통해 제안한 냉간 압축에서의 지르코니아 분말의 치밀화 구성방정식과 Kim 등⁽¹⁹⁾이 사용한 지르코니아 분말의 고온 치밀화 구성모델을 각각 ABAQUS⁽¹⁵⁾의 사용자 서브루틴인 UMAT과 CREEP에 적용하여 유한요소해석을 수행하였다. Choi와 Kim⁽⁸⁾이 제안한 냉간 압축에서의 지르코니아 분말의 치밀화 구성방정식은 상대밀도가 0.3 이상인 경우에 대하여 해석이 가능하므로, 초기 상대밀도 0.2를 갖는 본 실험에서의 분말충진이 균일하다는 가정하에 상대밀도 0.3에서의 형상을 예측하여 해석에 적용하였다.

4.1 냉간 조합압축

Fig. 2는 냉간 조합압축의 해석에 사용된 유한요소격자와 경계조건을 나타낸다. 시편은 축대칭이므로 전체 단면의 1/2에 대해서만 해석하였으며, 1679개의 4절점 축대칭 요소(CAX4 element)를 사용하였다. 금형과 펀치는 강체로 가정하여 121개

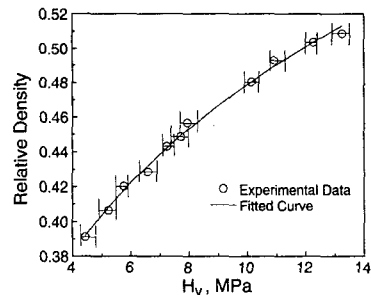


Fig. 3 Variation of relative density with Vickers hardness for a zirconia powder compact

의 2절점 축대칭 강체요소(RAX2 element)를 사용하였다.

Fig. 3은 지르코니아 분말 성형체의 상대밀도와 비커스 경도의 상관관계를 나타내며 Fig. 3의 실험치를 보간하면 식 (13)과 같이 지르코니아 성형체의 상대밀도와 비커스 경도값의 관계를 얻을 수 있다.

$$D = -0.00073868 \times H_v^2 + 0.026451 \times H_v + 0.2897 \quad (13)$$

Fig. 3에 경도측정시의 오차를 표시하였으며, 경도 측정오차를 식 (13)을 사용하여 상대밀도로 환산하면 평균 측정오차는 ± 0.0037 이고 최대 측정오차는 ± 0.0085 이다.

Fig. 4(a)와 (b)는 각각 초기 상대밀도 0.2를 갖는 지르코니아 분말을 Table 1과 같은 치수로 분말충진하여 240 MPa 하에서 냉간 조합압축한 시편 내부의 상대밀도 분포에 대한 실험치와 유한요소해석의 결과를 나타낸다. Fig. 4(a)는 식 (13)을 이용하여 비커스 경도 실험으로부터 구하였으며 Fig. 4(b)는 분말과 금형 벽면과의 마찰계수 0.2를 사용하여 구한 계산치이다.⁽⁶⁾ Fig. 4(a)에서 분말과 금형 벽면과의 마찰이 큰 상부와 하부의 가장자리, 하부 편치의 중심부와 접촉하는 지점 및 상부와 하부의 직경이 변하는 모서리의 하부에서 높은 상대밀도를 보임을 알 수 있다. 냉간 조합압축한 시편의 실험에서 구한 평균 상대밀도는 0.488 이고 유한요소해석에서 구한 평균 상대밀도는 0.488

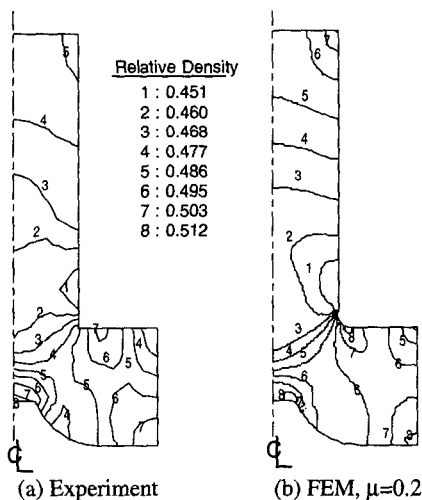


Fig. 4 Comparison between experimental data and a finite element result for relative density contour plot of a zirconia powder compact after cold combination pressing under 240MPa

이었다. 여기서 비커스 경도의 평균 측정오차 ± 0.0037 을 고려하면, 유한요소해석에서 구한 계산치는 실험치를 비교적 잘 예측함을 알 수 있다. 또한 상대밀도의 분포와 최대값과 최소값의 차이는 상부와 하부 편치가 동일 단면적을 가지는 경우에서의 금형 압축과 유사함을 알 수 있다.⁽⁶⁾ 240 MPa 하에서 냉간 조합압축한 지르코니아 시편의 실험과 유한요소해석에서의 형상변화에 대한 각각의 치수는 Table 1에 나타내었다. 유한요소해석에서 구한 계산치는 실험치를 비교적 잘 예측함을 알 수 있다.

Fig. 5(a)와 (b)는 각각 240 MPa 하에서 냉간 조합압축한 지르코니아 시편의 금형내부에서의 정수응력과 Mises 응력 분포를 나타내는 유한요소해석의 결과이다. 정수응력과 Mises 응력은 금형벽면과 마찰이 큰 상부와 하부의 가장자리, 하부편치의 중심부와 접촉하는 지점 및 상부와 하부의 직경이 변하는 모서리의 하부에서 가장 큰 값을 보임을 알 수 있다. 또한, 가장 낮은 응력값은 상부와 하부의 직경이 변하는 모서리의 상부에서 나타남을 알 수 있다. 상대밀도, 정수응력 및 Mises 응력의 분포는 유사한 경향을 보이며, Mises 응력의 분포가 정수응력과 유사한 경향을 보이는 이유는 응력성분과 정수응력성분의 차가 상대밀도가 높은 곳에서 크기 때문으로 판단된다.

Fig. 6(a)와 (b)는 각각 240 MPa 하에서 냉간 조합압축한 지르코니아 시편을 금형에서 분리하였을

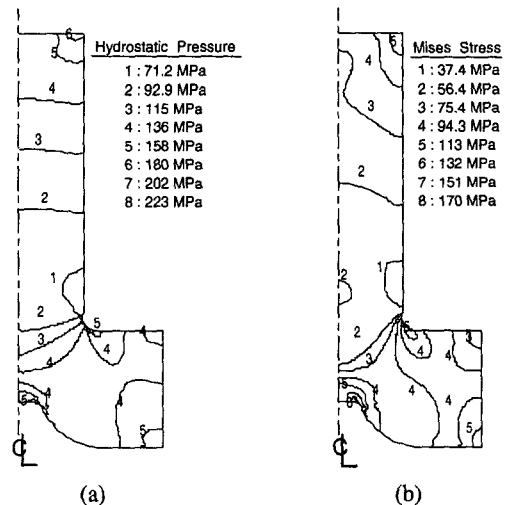


Fig. 5 Finite element results for (a) hydrostatic stress and (b) Mises stress distribution in a zirconia powder compact after cold combination pressing under 240 MPa

때, 분말 성형체의 내부에 작용하는 잔류 정수응력과 잔류 Mises 응력 분포를 나타내는 유한요소 해석의 결과이다. Fig. 6에서의 잔류 정수응력과 잔류 Mises 응력 분포는 서로 반대의 응력 분포를 보임을 알 수 있다. 상부와 하부의 직경이 변하는 지점과 하부편치의 중심부와 접촉하는 지점에서 잔류 응력분포의 변화가 큼을 알 수 있으며, 이 지점들을 제외하면 가압력에 비해 작은 잔류 응력분포를 보임을 알 수 있다. 상압소결시 잔류 응력분포의 영향을 고려하기 위하여 냉간 조합압

축 해석에서의 잔류 응력분포를 상압소결 해석의 초기조건으로 사용하였다.

상부와 하부에서의 분말 충전시의 치수가 성형 후 분말성형체의 치수와 상대밀도에 미치는 영향을 조사하기 위해 Table 1과 다르게 Table 2와 같은 치수로 분말충진하여 분말성형체를 제조하였다. 이렇게 제조된 분말성형체의 상대밀도 분포에 대한 유한요소해석의 결과를 Fig. 7에 나타내었다. 상부와 하부의 직경이 변하는 지점에서 가장 낮은 상대밀도를 보이므로, 냉간 조합압축후의 하부편치의 최종위치가 직경이 변하는 지점과 가까울수록 이 지점의 밀도분포의 영향을 크게 받을 수 있다. Fig. 4(b)와 7에서 하부편치의 중심부와 직경이 변하는 지점간의 거리는 각각 6.29 mm와 2.15 mm이다. 그러므로, Fig. 7에서 하부편치의 중심부와 접촉하는 지점에서의 상대밀도가 Fig. 4(b)와 비교하여 다소 낮은 분포를 보임을 알 수 있다. Table 1과 Table 2에 나타난 치수로 분말충진하여 제조된 시편의 실험에서 구한 평균상대밀도는 각각 0.485와 0.483이며 유한요소해석에서 구한 평균 상대밀도는 각각 0.488과 0.485이었다. 상부와 하부에서의 분말 충전시의 치수를 변화시켜 성형하여도 실험과 유한요소해석에서의 상대밀도 분포와 평균 상대밀도는 같은 양상을 보임을 알 수 있다.

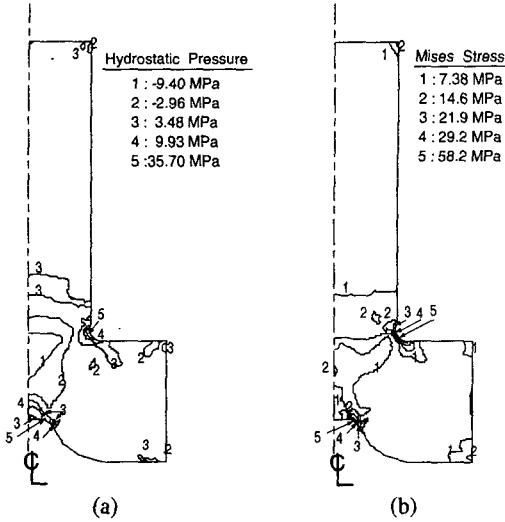


Fig. 6 Finite element results for (a) residual hydrostatic stress and (b) residual Mises stress distribution in a zirconia powder compact after cold combination pressing under 240 MPa

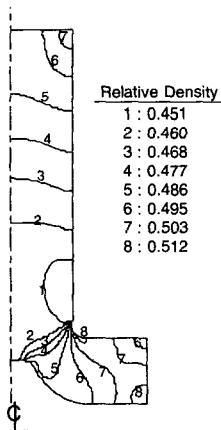


Fig. 7 A finite element result for relative density contour plot of a zirconia powder compact after cold combination pressing under 240 MPa

4.2 분말성형체의 상압소결

냉간 조합압축으로 제조된 지르코니아 분말성형체를 상압소결하여 상대밀도와 형상변화에 대한 실험결과와 유한요소해석 결과를 비교하였다. 상압소결은 대량생산에 적합한 제조공정이지만 분말성형체가 불균일한 밀도구배를 가질 경우 뒤틀림 또는 균열이 일어나기 쉬우며, 또한 최종 형상의 정밀제어가 어렵다. 본 논문에서는 복잡한 형상

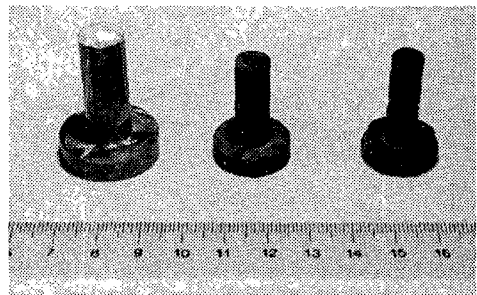


Fig. 8 Samples obtained (a) after cold combination pressing under 240 MPa, (b) after pressureless sintering at 1450°C for 600 min, and (c) a ceramic jet core part, respectively

의 분말성형체를 냉간 조합압축을 하여 비교적 균일한 밀도구배를 갖도록 시편을 제조하였으며, 제조된 분말성형체를 1450°C에서 10시간 상압소결하여 뒤틀림과 균열이 없고 형상제어가 가능한 시편을 제조하였다.

Fig. 8은 냉간 조합압축으로 제조된 분말성형체, 상압소결 후의 시편 및 실제 부품의 형상비교를 나타낸다. 분말성형체를 상압소결하여 뒤틀림과 균열이 없는 시편을 제조할 수 있음을 알 수 있다. 또한, 실제부품과 동일한 치수의 시편 제조를 위해서 유한요소해석을 통한 금형의 형상예측이 유용한 방법임을 알 수 있다. 냉간 조합압축 실험을 유한요소해석하여 구한 분말성형체의 상대밀도 분포, 잔류응력 분포 및 변형된 형상을 상압소결 해석의 초기조건으로 사용하였으며, 해석에서는 1679개의 CAX4T⁽¹⁵⁾(4-node axisymmetric thermally coupled quadrilateral, bilinear displacement and temperature) 요소를 사용하였다. 지르코니아 분말의 치밀화와 결정립 성장에 영향을 주지 않는 온도인 800°C를 승온시 초기온도로 적용하여 해석하였다.

Fig. 9는 240 MPa 하에서 냉간 조합압축한 후 이

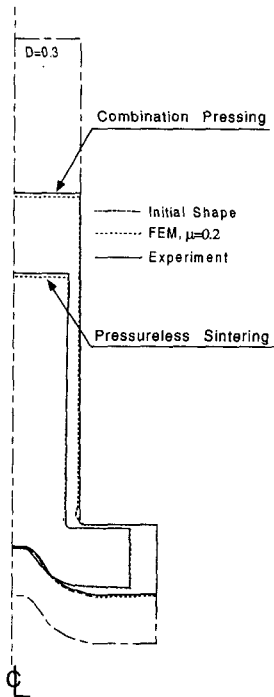


Fig. 9 Deformed shapes of a zirconia powder compact after cold combination pressing under 240 MPa and after pressureless sintering at 1450°C for 600 min

를 상압소결하여 구한 시편의 실험과 유한요소해석에서의 형상변화에 대한 비교를 나타낸다. 실험과 유한요소해석에서의 형상변화에 대한 각각의 치수는 Table 2에 나타내었다. 실험치와 계산치가 약간의 차이를 보이는 것은 초기 상대밀도 0.2에서의 분말충진이 균일하다는 가정하에 상대밀도 0.3에서의 형상을 예측하여 유한요소해석에 적용하였기 때문으로 판단된다.

5. 결론

본 논문에서는 냉간 조합압축법을 제안하고 Choi와 Kim⁽⁸⁾이 삼축 압축실험 결과로부터 제안한 냉간 압축에서의 지르코니아 분말의 치밀화 구성방정식과 Kim 등⁽¹⁹⁾이 사용한 지르코니아 분말의 확산 크리프와 결정립 성장을 예측할 수 있는 고온 치밀화 구성모델을 유한요소해석에 적용하여 냉간 조합압축과 상압소결 성형공정을 해석하였다. 실험과 유한요소해석의 결과를 비교 검토하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 냉간 조합압축과 상압소결하에서의 지르코니아 분말의 치밀화 거동과 형상변화를 구성방정식을 이용한 유한요소해석에 의하여 잘 예측할 수 있음을 알 수 있었다.

(2) 냉간 조합압축을 통하여 비교적 균일한 밀도분포를 갖는 분말성형체를 제조하였으며 상압소결하에서 뒤틀림과 균열이 없는 시편을 제조하였다.

(3) 복잡한 형상을 갖는 세라믹 부품의 제조시 본 논문에서 제안한 냉간 조합압축법은 매우 유용하게 이용될 수 있음을 알 수 있었다.

후기

본 논문은 한국과학재단 '97 핵심전문연구 지원 과제(971-1007-042-2)에서 지원된 연구비로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

참고문헌

- (1) Reed, J. S., 1988, *Introduction to the Principles of Ceramic Processing*, Wiley, New York.
- (2) Schwartz, M. M., 1992, *Handbook of Structural Ceramics*, McGraw-Hill, Inc., New York.
- (3) Broese, A. V. G., 1978, "Pressing of Ceramic Powders: A Review of Recent Work," *Powder Metall. Int.*, Vol. 10, No. 4, pp. 206~211.
- (4) Strijbos, S., Broese, A. V. G., and Vermeer, P. A., 1979, "Recent Progress in Understanding Die Compaction of Powders," *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 62,

- pp. 57~59.
- (5) Shima, S. and Mimura, K., 1986, "Densification Behavior of Ceramic Powder," *Int. J. Mech. Sci.*, Vol. 28, No. 1, pp. 53~59.
- (6) Bortzmeyer, D., 1992, "Modelling Ceramic Powder Compaction," *Powder Tech.*, Vol.70, pp. 231~239.
- (7) Aydın, İ., Briscoe, B. J., and Sanlıtürk, K. Y., 1996, "The Internal Modelling with Experiment," *Powder Tech.*, Vol. 89, pp. 239~254.
- (8) 최승완, 김기태, 1998, "냉간압축 하에서 세라믹 분말의 치밀화 거동," 대한기계학회논문집(A), 제 22 권, 제 6 호, pp. 924~938.
- (9) Kwon, Y. S., Kim, K. T., 1996, "High-Temperature Densification Forming of Alumina Powder - Constitutive Model and Experiments," *ASME J. Eng. Mat. Tech.*, Vol.118 (Oct), pp. 448~455.
- (10) Kwon, Y. S., Kim, K. T., 1996, "Densification Forming of Alumina Powder - Effects of Power Law Creep and Friction," *ASME J. Eng. Mat. Tech.*, Vol.118 (Oct), pp. 471~477.
- (11) Olevsky, E., Maximenko, A., and Ivlev, Y., 1997, "Shape Distortion Under Isostatic Pressing," *J. Mat. Sci. Lett.*, Vol. 16, No. 15, pp. 1270~1273.
- (12) Kim, K. T., Kwon, Y. S., and Kim, H. G., 1997, "Near-net-shape Forming of Alumina Powder under Hot Pressing and Hot Isostatic Pressing," *Int. J. Mech. Sci.*, Vol. 39, No. 9, pp. 1011~1022.
- (13) Keller, J.M., French, J.D., Dinger, B., McDonough, M., Gold, B., Cloutier, C., Carinci, L., Vanhorn, E., Ewsuk, K., and Blumenthal, W., 1998, "Industry, Government Team to Improve Ceramic Manufacturing," *Amer. Ceram. Soc. Bull.*, Vol. 77, No. 10, pp. 52~57.
- (14) Strijbos, S. and Vermeer, P. A., 1987, Stress and Density Distribution in the Compaction of Powders, in Processing of Crystalline Ceramics ed. By Palmour, H., Davis, R. F., and Hare, T. M., Materials Science Research, New York, pp. 113~123.
- (15) ABAQUS Users I, II and III Manual, Hibbitt, Karlsson, and Sorensen, 1998.
- (16) Aravas, N., 1987, "On The Numerical Integration of A Class of Pressure-dependent Plasticity Models," *Int. J. Num. Meth. Engng.*, Vol. 24, pp. 1395~1416.
- (17) Helle, A. S., Easterling, K. E. and Ashby, M. F., 1985, "Hot-Isostatic Pressing Diagrams: New Developments," *Acta metall.*, Vol. 33, No. 12, pp. 2163~2174.
- (18) Ashby, M. F., 1990, Background Reading, HIP 6.0, Univ. of Cambridge.
- (19) 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, No. 11, pp. 1295~1312.
- (20) Besson, J. and Abouaf, M., 1991, "Grain Growth Enhancement in Alumina During Hot Isostatic Pressing," *Acta metall. mater.*, Vol. 39, No. 10, pp. 2225~2234.
- (21) Abe, O., Iwai, S., Kanzaki, S., Ohashi, M., and Tabata, H., 1986, "Influence of Size and Shape on Homogeneity of Powder Compacts Formed by Cold Isostatic Pressing," *Yogyo-Kyokai-Shi*, Vol. 94, No. 10, pp. 1092~1098.
- (22) Rajab, M. and Coleman, D. S., 1985, "Density Distribution in Complex Shaped Parts Made from Iron Powders," *Powder Metall.*, Vol. 28, No. 4, pp. 207~216.