

<논 문>

가압소결과 열간 등가압소결에 의한 세라믹 분말의 정형 성형

권영삼* · 김기태*
(1996년 1월 31일 접수)

Near-Net-Shape Forming of Ceramic Powder under Hot Pressing and Hot Isostatic Pressing

Y.S. Kwon and K.T. Kim

Key Words : Near-Net-Shape(정형), Ceramic(세라믹), Hot Pressing(가압소결), Hot Isostatic Pressing(열간 등가압소결), Grain Growth(결정립 성장), Diffusional Creep(확산크리프), Power-Law Creep(멱수법칙 크리프), Finite Element Analysis(유한요소해석)

Abstract

High temperature densification behaviors of alumina powder compacts were investigated under hot pressing and hot isostatic pressing. An alumina part of valve-head shape was fabricated under hot pressing and its forming process was simulated by finite element calculation. An alumina powder compact encapsulated by a stainless steel container was also densified under hot isostatic pressing. Inhomogeneous deformations during hot isostatic pressing due to the canning effect were observed experimentally and predicted by finite element analysis.

1. 서 론

세라믹은 우수한 고온 물성을 갖고 있으나 성형성이 나쁘므로 성형과 가공을 동시에 수행하여 최종 가공을 최소화하거나 혹은 최종 가공이 필요없이 성형과 동시에 정형(net shape) 부품을 생산하기 위한 많은 연구가 진행중이다.^(1~3)

통상적으로 상압소결(pressureless sintering)은 세라믹 성형에 널리 사용되고 있으나 잔류기공과 결정립 크기의 조절이 어려우므로 우수한 물성이 요구되는 고온 구조용 부품을 제조하기에 적합하지 않다. 따라서, 구조용 소재로 사용할 수 있는 세라

믹의 성형을 위하여 가압소결(hot pressing)이나 열간 등가압소결(hot isostatic pressing) 등과 같이 높은 가압력이 작용하는 성형법이 널리 사용된다.^(4,5)

열간 등가압소결은 고온에서 아르곤 등의 불활성 가스압으로 금속이나 세라믹 분말을 이론밀도까지 치밀화시킬 수 있으며 성형중 형상의 변화가 없으므로 우수한 기계적 성질이 요구되는 소재 및 부품의 제조에 널리 사용되고 있다. 세라믹 분말의 열간 등가압소결을 위해서는 스텐레스 스틸 등의 내열성 소재로 된 금속튜브에 세라믹 분말을 채우고 고온에서 탈가스(degassing)를 한후 진공밀봉을 하여 성형중 가스가 성형체 내부로 스며들지 않도록 하여야 한다. 따라서 열간 등가압 성형중 스틸캔 내부의 세라믹 분말은 스틸캔을 매체로 간접적으로 성형된다.

*회원, 포항공과대학교 기계공학과

스틸캔에 등방성 가스압이 가해지는 경우라 할지라도 캔이 가해지는 가스압을 지지함으로써 실제 세라믹 분말에 가해지는 압력은 균일하지 않을 수 있으며^(6,7) 또한, 세라믹 분말 성형체의 낮은 열전도계수(thermal conductivity)로 인하여 성형중 성형체 내부에 온도구배가 생길 수 있다.⁽⁸⁾ 따라서, 이와같은 불균일한 압력과 온도구배 등의 요인에 의하여 열간 등가압소결중 세라믹 분말 성형체의 불균일한 변형 및 밀도구배를 야기시킴으로써 최종 성형체의 형상은 초기 형상과 크게 달라질 수 있다.

가압소결에 의한 세라믹의 성형은 최종 부품의 치수를 정밀하게 조절할 수 있으며 열간 등가압소결에 비하여 비교적 간단한 제조방법이나 성형할 수 있는 부품의 형상에 제약을 받는다. 또한, 성형중 금형벽면으로 작용하는 하중을 정확히 예측할 수 없으므로 성형을 위한 최적 가압력의 결정이나 금형의 설계가 어렵다.

본 논문에서는 가압소결공정에 의하여 임의의 형상을 갖도록 알루미늄 분말을 성형하였으며, 성형공정중 밀도구배와 형상의 변화를 조사하였다. 또한, 열간 등가압소결 실험을 수행하여 알루미늄 분말의 밀봉에 사용된 캔의 영향을 조사하고 성형공정중 밀도의 변화와 성형체의 형상변화 등을 조사하였다. Kwon과 Kim^(9,10)에 의하여 제안된 구성방정식을 이용하여 가압소결과 열간 등가압소결공정을 유한요소해석하고 해석결과와 실험치를 비교·검토하였다.

2. 실험

본 논문에서는 가압소결과 열간 등가압소결에 의한 세라믹 분말의 정형 성형공정을 조사하기 위하여 모델소재로서 알루미늄(alumina)을 사용하였다. 알루미늄은 미세 구조적으로나 화학적으로 안정한 세라믹 소재로 구조용이나 기능성 세라믹으로 널리 사용되고 있으며 지난 30년간 많은 연구가 진행되어 여러 세라믹 소재중 기계적 특성 및 물리적 특성이 가장 잘 알려져 있다. 특히, 실험에 사용된 알루미늄 분말(AL-160-SG-1)은 본 연구자들^(9,10)이 고온 치밀화 성형공정에 대한 연구를 위하여 사용했던 알루미늄 분말과 동일한 종류로 비교적 많은 기초 실험자료를 축적하고 있으므로 해석 및 실험 조건 설정이 용이하다.

2.1 가압소결

자동차 엔진의 흡, 배기 밸브는 빠른 속도로 개폐가 이루어지며 연소실 내의 고온의 기체와 접촉되어 경량성, 내마모성, 내부식성, 내열성 등의 성질을 요구하므로 세라믹 소재로의 대체가 유력한 부품들중의 하나이다.^(4,5,11) 따라서, 본 논문에서는 밸브헤드와 유사한 형상의 알루미늄 부품을 가압소결에 의하여 성형하기 위한 연구를 수행하였다.

Fig. 1은 가압소결에 의하여 성형하고자 하는 밸브헤드 형상과 치수를 나타내며 이러한 형상을 성형하기 위하여 밸브헤드 형상을 갖는 하부 펀치를 사용하여 가압소결하였다.

가압소결에 의한 밸브헤드 형상의 성형을 위한 제조 조건은 다음과 같다. 흑연 금형에 알루미늄 분말 14g을 부은 후 상온에서 하부 펀치로 50 MPa의 압력으로 압축한 후, 즉시 진공 분위기에서 가압소결을 하였다. 가압소결시 분당 10°C의 속도로 승온하였으며, 800°C에서 15분간 온도를 일정하게 유지하는 동안 상부 펀치로 10 MPa의 압력을 가하여 실험중 일정하게 압력을 유지하였으며 최종 가압 소결 온도는 1500°C로 하였다.

2.2 열간 등가압소결

알루미늄 분말의 열간 등가압 성형은 50 MPa의 압력으로 1300°C에서 수행되었다. 알루미늄 분말의 밀봉(canning)을 위한 304 스테리스 스틸캔은 내경 36.3 mm, 높이 35.5 mm 및 두께 1.3 mm의 원통형으로 제작되었다. 알루미늄 분말 75g을 캔 내부에 부은 후 50 MPa의 하중을 가하여 상온 압축한 후 500°C에서 5시간 동안 탈가스(degassing) 작업을 거친 후 진공밀봉되었다.

진공밀봉된 캔을 열간 정수압 성형기(Kobelco System 30T)에서 실험온도인 1300°C까지 10°C/min의 속도로 승온하였다. 온도를 가하기 전에 가해진 압력은 7.6 MPa이며, 온도의 증가에 따라 선

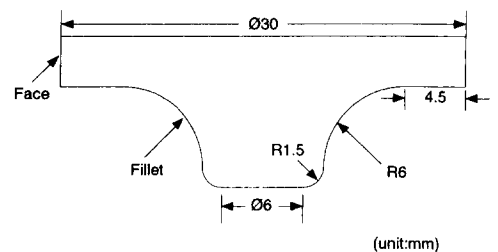


Fig. 1 Alumina valve shape and its dimension

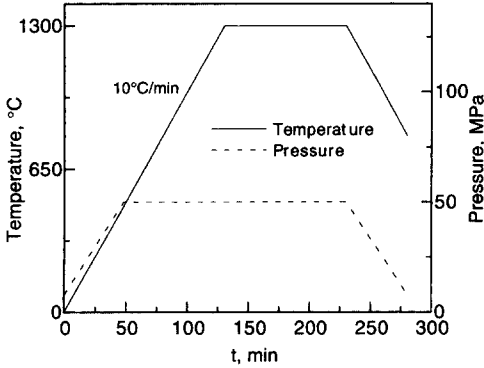


Fig. 2 Test conditions for temperature and load during hot isostatic pressing

형적으로 압력이 상승하여 대략 480°C에서 최종 압력인 50 MPa에 도달하였다. 최종 압력에 도달한 후 압력은 실험중 일정하게 유지되었다. Fig. 2는 열간 등가압소결 중의 온도 및 압력 스케줄을 보여 준다. 실험후 스텐레스 스틸캔은 왕수(aqua regia)를 사용하여 제거하였으며, 시편의 상대밀도는 아르키메데스법으로 측정하였다.

3. 구성 모델

가압소결과 열간 등가압소결에 의한 세라믹 분말의 정형 성형공정 해석을 위한 구성방정식은 최근 Kwon과 Kim⁽¹⁰⁾에 의하여 사용된 것과 동일한 구성방정식을 사용하였으므로 본 논문에서는 간략히 구성방정식을 나타내었다.

3.1 멱수법칙 크리프

상대밀도 0.9이하의 초기단계에서 멱수법칙 크리프(power-law creep)에 의한 분말 성형체의 변형률속도식은 다음과 같이 쓸 수 있다.⁽¹²⁾

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon}_{ij} = \dot{\epsilon}_o \frac{27\pi}{16\sqrt{3}} \left(\frac{D-D_o}{1-D_o} \right)^{1/2} \left\{ \frac{(1-D_o)}{3D^2(D-D_o)} \right\}^n \\ \times \left\{ \left(\frac{|\sigma_m|}{\sigma_o} \right)^{(n+1)/n} + \left(\frac{2\sigma_e}{3\sigma_o} \right)^{(n+1)/n} \right\}^{n-1} \\ \times \left\{ \left(\frac{|\sigma_m|}{\sigma_o} \right)^{1/n} (\text{sign } \sigma_m) \frac{1}{3} \delta_{ij} + \left(\frac{2\sigma_e}{3\sigma_o} \right)^{1/n} \frac{\sigma'_{ij}}{\sigma_e} \right\} \end{aligned} \quad (1)$$

여기서, $\dot{\epsilon}_o$ 와 σ_o 는 각각 기준 변형률속도(reference strain rate)와 기준 응력을 나타내며, σ'_{ij} , σ_m 및

σ_e 는 각각 가해진 응력의 편차성분과 정수성분 및 등가응력을 나타낸다. 또한, δ_{ij} 는 크로켈러 델타(Krocker delta)이다.

또한, 상대밀도 0.9이상의 말기단계에서는 멱수법칙 크리프에 의한 분말 성형체의 변형률속도식은 다음과 같이 쓸 수 있다.⁽¹³⁾

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon}_{ij} = \dot{\epsilon}_o \left(\frac{\bar{\Omega}}{\sigma_o} \right)^{n-1} \left[\left(\frac{2-D}{D} \right)^{2n/n+1} \frac{3\sigma'_{ij}}{2\sigma_o} \right. \\ \left. + \left(\frac{3}{2n} \right)^2 \left\{ \frac{(1-D)n}{(1-(1-D)^{1/n})^n} \right\}^{2/n+1} \frac{\sigma_m}{\sigma_o} \frac{1}{3} \delta_{ij} \right] \\ \bar{\Omega} = \left[\left(\frac{2-D}{D} \right)^{2n/n+1} \sigma_e \right. \\ \left. + \left\{ \frac{(1-D)n}{(1-(1-D)^{1/n})^n} \right\}^{2/n+1} \left(\frac{3\sigma_m}{2n} \right)^2 \right]^{1/2} \end{aligned} \quad (2)$$

3.2 확산 크리프

상대밀도 0.9이하의 초기단계에서의 확산크리프(diffusional creep) 변형률속도식은 다음과 같이 쓸 수 있다.⁽¹⁰⁾

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon}_{ij} = \frac{(1-D_o)}{D(D-D_o)} \frac{D_{eff}^{(a)} \Omega}{kTR^3} \\ \times \left\{ \frac{3C_1}{2D} \sigma'_{ij} + C_2 \frac{(1-D_o)}{(D-D_o)} (\sigma_m - \sigma_s) \delta_{ij} \right\} \\ D_{eff}^{(a)} = \delta D_b + R(D-D_o) D_v \end{aligned} \quad (3)$$

여기서, D_o , $D_{eff}^{(a)}$, Ω , k , R 및 T 는 각각 초기 상대밀도, 초기 단계에서의 유효확산계수, 원자 체적, 볼츠만상수, 입자의 반경 및 절대 온도를 나타내며 C_1 과 C_2 는 실험치로부터 결정되는 재료상수이다. 또한 δ , D_b 및 D_v 는 각각 입계의 두께, 입계 확산계수 및 체적 확산계수를 나타낸다.

또한, 상대밀도 0.9 이상의 말기 단계에서 확산 크리프 변형률속도식은 다음과 같이 쓸 수 있다.⁽¹⁰⁾

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon}_{ij} = \frac{1}{D} \frac{D_{eff}^{(a)} \Omega}{kTR^3} \left\{ \frac{3C_3}{2} \sigma'_{ij} + C_4 (1-D)^{1/2} (\sigma_m - \sigma_s) \delta_{ij} \right\} \\ D_{eff}^{(a)} = \delta D_b + R \left(\frac{1-D}{6D} \right)^{1/3} D_v \end{aligned} \quad (4)$$

여기서, $D_{eff}^{(a)}$ 는 상대밀도 0.9이상에서의 유효 확산계수이며 D_3 과 C_4 는 실험치로부터 결정되는 재료상수이다.

3.3 결정립 성장속도

재료의 고온 변형시 결정립 성장속도(grain growth rate)는 다음과 같이 쓸 수 있다.⁽¹⁰⁾

$$\dot{\epsilon} = \frac{k}{G^m} + k_1 \frac{G}{\phi} \{ \dot{\gamma}_U \dot{\gamma}_U + (\dot{\epsilon}_{kk}^*)^2 / 3 \}^{1/2}$$

$$k = k_0 \exp(-Q_s / R' T) \quad (5)$$

여기서, m , k_0 , Q_s 및 k_1 은 재료상수이며, R' 은 가스상수를 나타낸다. 또한, ϕ 은 응력집중계수로서 초기 단재와 말기단재에서 각각 다음과 같이 쓸 수 있다. ^(14,15)

$$\phi = \frac{(1-D_0)}{D^2(D-D_0)}, \quad \phi = \frac{1}{D} \quad (6)$$

3.4 모재의 크리프 거동

세라믹의 열간 등가압소결을 해석하기 위해서는 세라믹 분말의 밀봉에 사용되는 스텐레스 스틸과 같은 재료의 고온 변형거동을 예측할 수 있는 구성 방정식이 필요하다. 본 논문에서는 이를 위하여 기공이 없는 재료의 고온 변형시 다음과 같은 크리프에 의한 변형률속도식을 사용하였다. ⁽¹⁶⁾

$$\dot{\epsilon}_e = \frac{AbD_v}{kT\mu^{n-1}} \sigma_e^n + \frac{7\Omega D_{eff}}{2kTR^2} \sigma_e$$

$$D_{eff} = D_v + \frac{\pi\delta D_b}{2R} \quad (7)$$

여기서, 첫 번째와 두 번째 항은 각각 멱수법칙 크리프와 확산크리프의 영향을 나타낸다. 또한, 식 (7)에서 A , b 및 μ 는 각각 Dorn 상수, 버거스 벡터(Burgers vector) 및 전단계수를 나타낸다.

4. 실험치와의 비교검토

알루미늄의 고온 변형을 해석하기 위한 구성 방정식들인 식 (1)~(5)를 이용하기 위해서는 우선적으로 구성방정식들에 포함된 여러 재료상수들을 고려하여야 한다. 식 (1)~(4)의 크리프 변형률속도식에 포함된 재료상수들은 Table 1에 나타낸 값들을 사용하였다. ^(14,17) 또한 식 (1)~(5)에 포함된 계수들인 C_3 , C_4 , m , k_0 , Q_s 및 k_1 은 실험치로부터 결정될 수 있으며, 본 논문에서는 $C_3=1.6$, $C_4=2.4$, $m=2$, $k_0=4.06 \times 10^{-8} \text{m}^3\text{s}^{-1}$, $Q_s=668 \text{kJmol}^{-1}$ 및 $k_1=1.5$ 를 각각 사용하였다. ⁽¹⁰⁾

식 (1)~(5)를 ABAQUS⁽¹⁸⁾의 사용자 서브루틴 CREEP에 적용하여 가압소결과 열간 등가압소결에 의한 알루미늄 분말 성형체의 고온 크리프 변형거동을 해석하였다. 또한, 열간 등가압소결중 밀봉에 사용된 스텐레스 스틸켄의 고온 변형거동을

Table 1 Material properties for Alumina^(14,17)

Material properties	Value
General property	
Atom volume, m ³	4.25 × 10 ⁻²⁹
Solid density, kg/m ³	3980.0
Melting temperature, K	2320
Surface energy, J	0.9
Mechanical property	
Young's modulus at R. T., GPa	403
Yield stress at R. T., MPa	2100
T-dependence of yield stress	0.35
Power-law creep exponent	3.0
Reference stress, P-L creep, MPa	1250
Activ. energy, P-L creep, kJ/mol	477
Diffusion property	
Pre-exp. volume diffusion, m ² /s	2.8 × 10 ⁻¹⁰
Activ. energy, vol. diff., kJ/mol	477
Pre-exp. boundary diffusion, m ³ /s	8.6 × 10 ⁻¹⁰
Activ. energy, boundary, kJ/mol	419

Table 2 Thermal properties for Alumina⁽¹⁹⁾

Material properties	Value
Thermal expansion coefficient, /K	9.3 × 10 ⁻⁶
Thermal conductivity, J/ m·s·K	6.0
Specific heat, J/kg·K	237.7

식 (7)을 사용자 서브루우틴 CREEP에 적용하여 해석하였다. 해석에 사용된 알루미늄의 고온 물성은 Table 2에 나타낸 값들을 사용하였으며, ⁽¹⁹⁾ 상대밀도의 변화에 따른 알루미늄의 열전도계수(thermal conductivity)와 비열(specific heat)의 변화는 무시하였다. 열간 등가압소결중 알루미늄 분말 성형체의 밀봉에 사용된 캔 재료인 304 스텐레스 스틸 소재의 열 및 기계적 성질은 Table 3에 나타낸 값들을 사용하였다. ^(16,20)

4.1 가압소결 성형

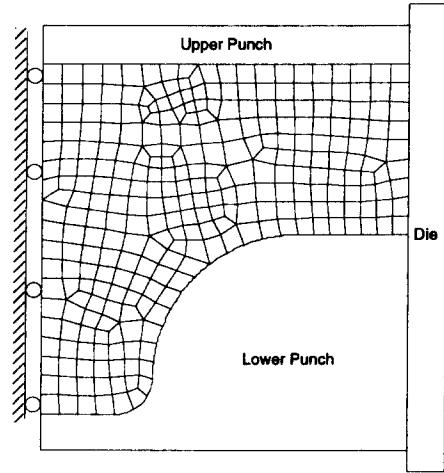
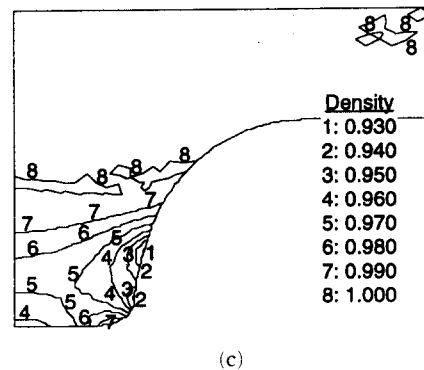
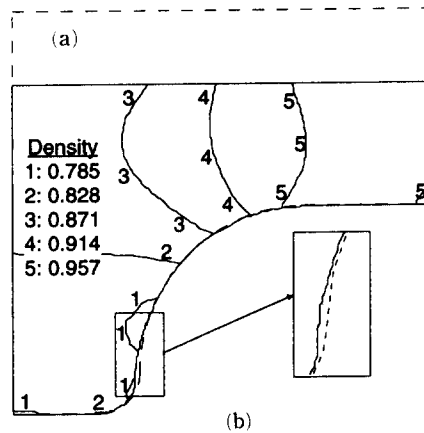
Fig. 3은 벨브헤드 형상의 하부 펀치를 사용한 가압소결시 유한요소해석을 위한 요소와 경계조건을 보여준다. y축에 대한 축대칭조건으로부터 전체 단면의 1/2에 대해서만 해석을 하였으며 286개

Table 3 Material Properties for 304 stainless steel^(16,20)

Material properties	Value
General property	
Atomic volume, m ³	1.21 × 10 ⁻²⁹
Burgers vector, m ³	2.58 × 10 ⁻¹⁰
Solid density, kg/m ³	8000.0
Melting temperature, K	1810
Mechanical property	
Young's modulus at R. T., GPa	124.8
T-dependence of modulus	0.85
Power-law creep exponent	7.5
Dorn constant	1.2 × 10 ¹²
Yield stress at R. T., MPa	254.4
Yield stress at 1089 K, MPa	78.6
Diffusion property	
Pre-exp. volume diffusion, m ² /s	3.7 × 10 ⁻⁵
Activ. energy, vol. diff., kJ/mol	280
Pre-exp. boundary diffusion, m ³ /s	2.0 × 10 ⁻¹³
Activ. energy, boundary, kJ/mol	167
Thermal property	
Thermal expansion coefficient, /K	18.2 × 10 ⁻⁶
Thermal conductivity, J/m·s·K	13.8
Specific heat, J/kg·K	1213

의 8절점 축대칭 온도-변위 연계저감 적분요소 (coupled temperature-displacement reduced integration element, CAX8RT)를 사용하였다. 또한, 상-하부 펀치 및 금형은 강재로 가정하였다.

Fig. 4(a), (b) 및 (c)는 가압소결시 알루미늄 분말 성형체 내부의 상대밀도 분포와 변형된 형상을 보여주는 유한요소해석 결과이다. 여기서, 유한요소해석시 성형체와 펀치 및 금형과의 마찰계수 $\mu=0.3$ 으로 가정하였다. Fig. 4(a)는 알루미늄 성형체의 초기 형상을 나타내며 (b)와 (c)는 각각 가압소결 온도인 1500°C 도달 후 0분과 100분후의 상대밀도 분포를 나타낸다. 여기서, 상대밀도는 밸브필렛의 측면에서 가장 낮으며 밸브 상부면에서 가장 높음을 알 수 있다. Fig. 4(a)와 (b)를 비교해 보면 밸브필렛 부위는 가해진 하중에도 불구하고 승온 중 수축하여 최종 온도에 도달하였을 때 밸브필렛 측면은 하부 펀치와 접촉하지 않음을 알 수 있다(참조: Fig. 4(b)의 삽화). 이러한 결과는

**Fig. 3** Finite element meshes and boundary conditions for hot pressing with valve-shape lower punch**Fig. 4** Relative density contour plots of alumina powder compact (a) initial shape and after (b) 0 and (c) 100 min under hot pressing at 1500°C

밸브필렛 측면에 충분한 하중이 가해지지 않아 발생한 것으로 판단된다.

Fig. 5(a)와 (b)는 각각 가압소결시 1500°C 도달 후 0분과 100분후의 알루미늄 분말 성형체 내부의 결정립 크기 분포를 나타내는 유한요소해석의 결과이다. 여기서, 결정립 크기는 밸브 상부면의 모서리 부근에서 가장 크며, 밸브필렛 측면에서 가장

작음을 알 수 있다.

Fig. 6은 흑연으로 제작된 밸브헤드 형상의 하부 펀치와 1500°C에서 100분의 가압소결에서 제조된 알루미늄 성형체의 형상을 보여준다. 여기서, 밸브

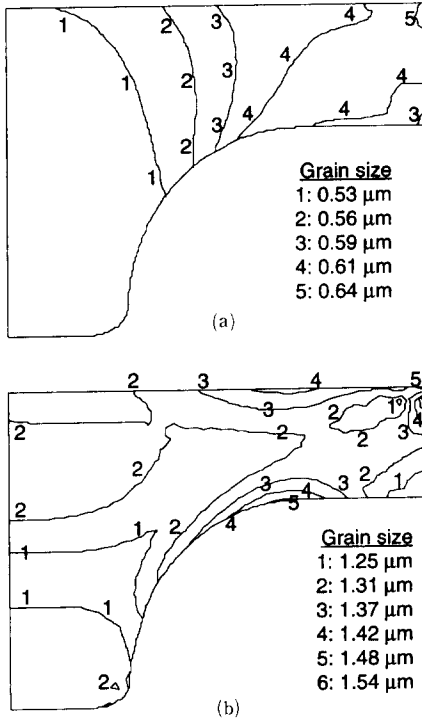


Fig. 5 Grain size contour plots of alumina powder compact after (a) 0 and (b) 100 min under hot pressing at 1500°C

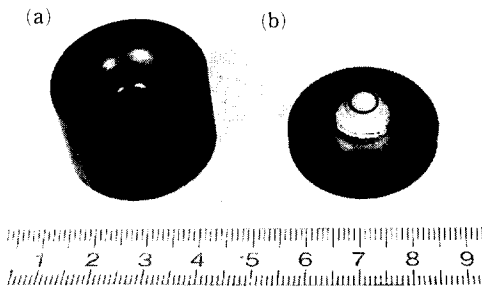


Fig. 6 Photograph of (a) graphite lower punch and (b) alumina valve head shape part after 100 min under hot pressing at 1500°C

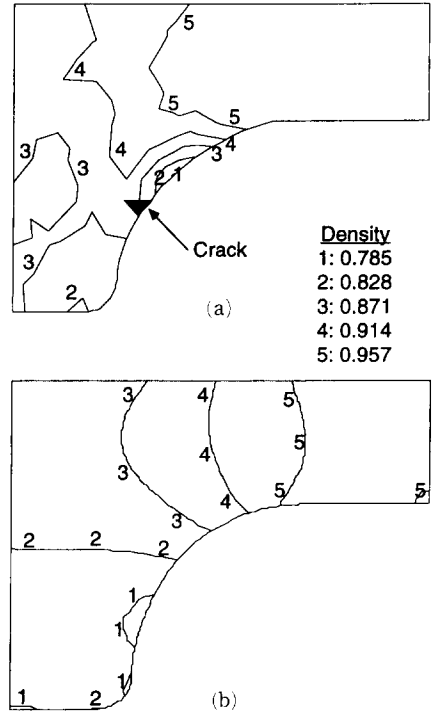


Fig. 7 Relative density contour plots of alumina powder compact after 0 min under hot pressing at 1500°C ; (a) experimental data and (b) FEM results

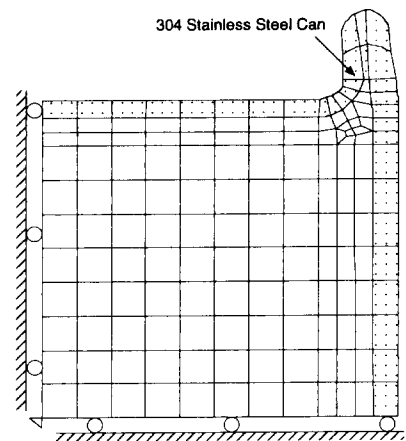


Fig. 8 Finite element meshes and boundary conditions for hot isostatic pressing

필렛 측면에 균열이 발생되었음을 볼 수 있으며 이 밸브필렛의 측면은 Fig. 4(c)에서 밀도가 가장 낮게 예측되었던 부위임을 알 수 있다.

Fig. 7(a)와 (b)는 가압소결시 1500°C에 도달한 직후 성형체 내부의 상대밀도 분포를 보여주는 실험치와 유한요소해석의 결과를 각각 나타낸다. Fig. 7(a)는 Kwon과 Kim⁽¹⁰⁾이 구한 알루미늄 성형체의 상대밀도와 비커스 경도치와의 관계식을 사용하여 구하였으며, Fig. 7(b)는 성형체와 금형 사이의 마찰계수 $\mu=0.3$ 을 가정하여 역수법칙 크리프와 확산크리프의 구성방정식을 사용하여 구한 계산치이다. Fig. 7(a)에서 상대밀도는 밸브필렛의 측면 균열이 발생한 부근에서 가장 낮으며 밸브 상부의 측면에서 가장 높음을 관찰할 수 있으며, Fig. 7(b)의 계산치는 이러한 실험치를 비교적 잘 예측하고 있음을 알 수 있다.

4.2 열간 등가압소결

Fig. 8은 스텐레스 스틸캔에 의하여 밀봉된 알루미늄 분말 성형체의 열간 등가압소결(hot isostatic pressing) 공정해석에 사용된 유한요소격자 및 경계조건을 나타낸다. y축에 의한 축대칭과 x축에 대한 대칭조건으로부터 전체 단면의 1/4에 대해서만 해석하였으며, 151개의 8절점 축대칭 연계저감 적분요소를 사용하였다.

알루미늄 분말 성형체의 열간 등가압소결 공정의

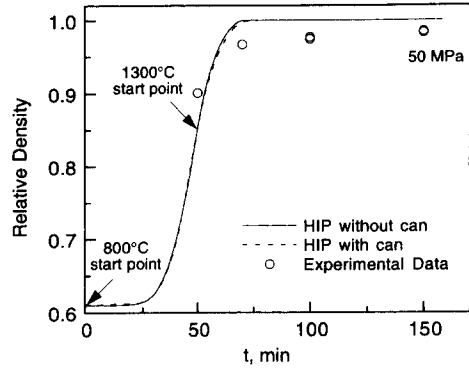


Fig. 9 Comparison between experimental data and calculated results for relative density vs. time relations during hot isostatic pressing at 1300°C

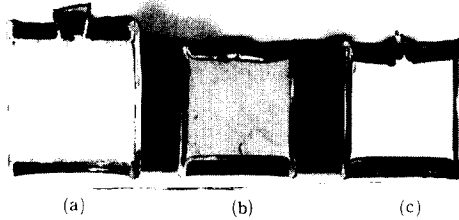


Fig. 10 Cross sections of alumina powder compacts with stainless steel container during hot isostatic pressing at 1300°C : (a) initial shape and after (b) 20 and (c) 100 min

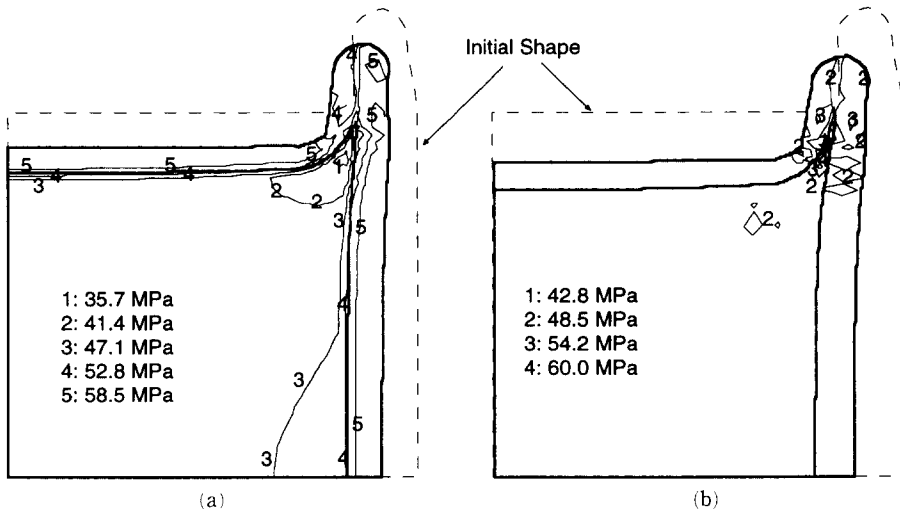


Fig. 11 Hydrostatic pressure contour plots of alumina powder compacts after (a) 0 and (b) 100 min under hot isostatic pressing at 1300°C

유한요소해석은 다음과 같은 가정하에 수행되었다. (i) 열간 등가압소결 공정 초기의 알루미늄 분말 성형체의 상대밀도는 0.61이다. (ii) 열간 등가압소결 공정중 시편의 변형 및 치밀화 성형은 800°C 이상의 온도에서 시작된다. (iii) 알루미늄 분말 성형체의 열전도계수는 상대밀도에 관계없이 일정하다.

Fig. 9는 1300°C에서 50 MPa의 압력으로 열간 등가압소결시 시간에 따른 상대밀도 변화의 실험치 (○)와 계산치(실선, 점선)들을 각각 나타낸다. 여기서 계산치들은 초기 결정립의 크기 $G_0=0.4 \mu\text{m}$, 초기 상대밀도 $D_0=0.53$ 및 실험 초기의 상대밀도

$D_i=0.61$ 인 경우이며 실선과 점선의 계산치들은 각각 캔을 사용하지 않은 경우와 캔을 사용한 경우의 유한요소해석 결과이다. Fig. 9에서 점선과 실선의 계산치는 거의 차이를 보이지 않으므로 시간에 따른 평균 상대밀도에 미치는 캔의 영향은 거의 없음을 알 수 있다. 또한, Fig. 9에서 계산치들은 실험치를 비교적 잘 예측함을 알 수 있다.

Fig. 10은 열간 등가압소결에 사용된 스틸캔과 스틸캔 내부의 알루미늄 성형체의 초기 상태의 형상과 1300°C에서 50 MPa의 압력으로 열간 등가압소결시 20분 및 100분후의 스틸캔과 스틸캔 내부의 알루미늄 성형체의 변형된 형상의 단면을 보여준

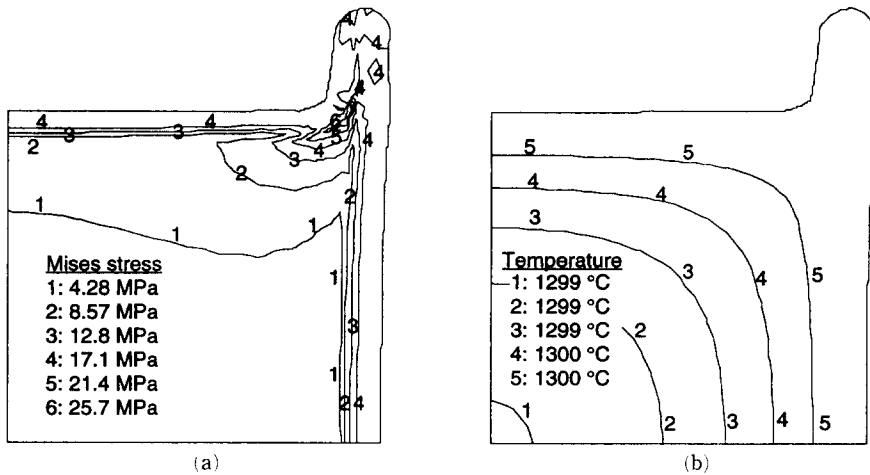


Fig. 12 Contour plots of alumina powder compacts after 0 min under hot isostatic pressing at 1300°C : (a) effective stress and (b) temperature

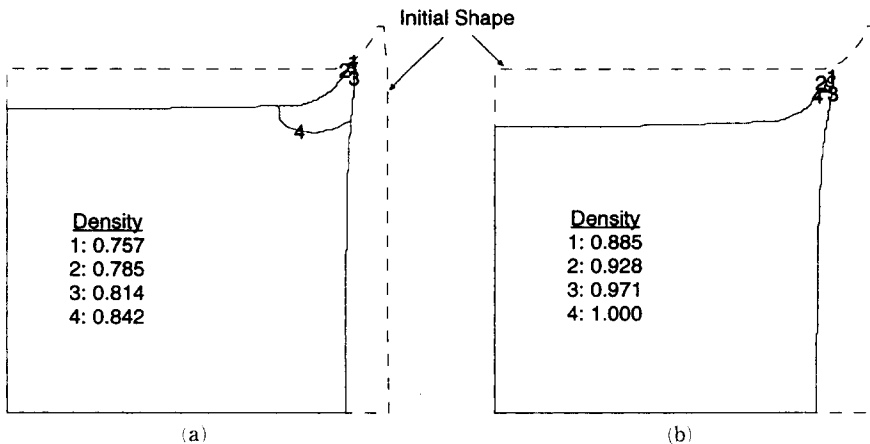


Fig. 13 Relative density contour plots of alumina powder compact after (a) 0 and (b) 100 min under hot isostatic pressing at 1300°C

다. Fig. 10(a)의 초기 상태에 비해 20분과 100분의 열간 등가압소결 후 스틸캔과 스틸캔 내부의 알루미나 성형체의 수축량이 매우 크며, 형상의 변화가 다소 불균일함을 알 수 있다.

Fig. 11(a)와 (b)는 각각 1300°C에서 열간 등가압소결시 0분 및 100분후 스틸캔으로 밀봉된 알루미나 성형체 내부의 정수압 분포와 변형된 형상을 보여주는 유한요소해석의 결과이며, 점선은 캔의 초기 형상을 나타낸다. Fig. 11에서 성형체의 모서리와 캔 사이에 접촉면 부근에서 가장 작은 정수압이 작용함을 알 수 있다. Fig. 11(a)에서 밀봉한 스틸캔의 영향으로 캔내부의 성형체에 불균일한 정수압이 가해지므로 성형체 내부에 편차응력 성분이 존재하게 되어 형상의 불균일한 변화를 야기시킴을 알 수 있다. 또한, Fig. 11(b)는 100분후 성형체가 거의 이론밀도까지 치밀화됨에 따라 성형체 내부에 거의 균일한 압력이 가해짐을 보여준다.

Fig. 12(a)와 (b)는 각각 1300°C에서 열간 등가압소결시 0분후 스틸캔으로 밀봉된 알루미나 성형체 내부의 유효응력분포와 온도분포를 보여주는 유한요소해석의 결과이다. Fig. 12(a)에서 성형체에 작용하는 유효응력은 Fig. 11(a)에서와 같은 불균일한 정수압에 기인하며, 가장 큰 유효응력은 성형체의 모서리와 캔 사이의 접촉면 부근에서 관찰된다. 또한, Fig. 12(b)로부터 1300°C에 도달한 직후 알루미나 성형체 내부의 온도 구배는 거의 없음을 알 수 있다.

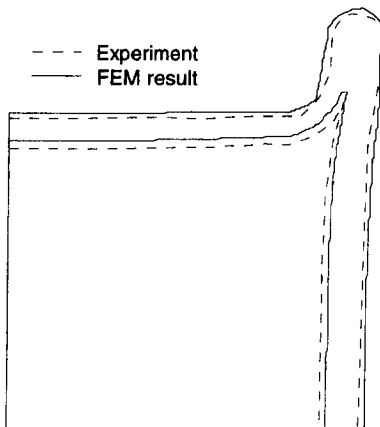


Fig. 14 Comparison between experimental data and calculated results for deformed shape of alumina powder compact after 100 min under hot isostatic pressing at 1300°C

Fig. 13(a)와 (b)는 1300°C에서 열간 등가압소결시 0분 및 100분후 스틸캔으로 밀봉된 알루미나 성형체 내부의 상대밀도 분포를 보여주는 유한요소해석의 결과이다. Fig. 13에서 성형체의 모서리 부근에서 상대밀도가 가장 낮으며 성형체의 초기 형상에 비하여 형상이 다소 변형되었음을 알 수 있다.

Fig. 14는 1300°C에서 열간 등가압소결시 100분후 스틸캔으로 밀봉된 알루미나 성형체 내부의 변형된 형상을 보여주는 실험치(점선)와 유한요소해석 결과(실선)의 비교이다. 여기서, 계산치들은 실험치를 비교적 잘 예측하고 있음을 알 수 있다.

5. 결 론

가압소결과 열간 등가압소결에 의한 임의의 형상을 갖는 알루미나 성형체의 고온 치밀화 성형공정을 실험적으로 조사하고 Kwon과 Kim^(9,10)이 제안한 구성방정식을 사용하여 성형공정을 유한요소해석한 결과와 비교 검토하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 가압소결과 열간 등가압소결중 알루미나 분말 성형체의 치밀화 거동과 성형중의 형상변화를 구성방정식을 이용한 유한요소해석에 의하여 적절히 예측할 수 있음을 알 수 있었다.

(2) 열간 등가압소결 공정중 밀봉에 사용된 스틸캔의 영향에 의하여 내부 알루미나 성형체에 균일한 압력이 가해지지 않으므로 성형중 알루미나 성형체가 불균일한 변형을 하게되나 평균 상대밀도의 증가속도에 미치는 스틸캔의 영향은 거의 없음을 알 수 있었다.

(3) 복잡한 형상을 갖는 세라믹 부품의 성형시 적절한 구성방정식을 이용한 유한요소해석 결과는 성형공정의 개선 및 개발에 매우 유용하게 이용될 수 있음을 알 수 있었다.

후 기

본 논문은 한국과학재단 특정기초 협력연구과제(93-0200-04-01-3)에서 지원된 연구비로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

참고문헌

- (1) Panda, P. C. and Seydel, E. R., 1986, "Near

- Net-Shape Forming of Magnesia-Alumina Spinel/Silicon Carbide Fiber Composites," *Ceramic Bulletin*, Vol. 65, No. 2, pp. 338~341.
- (2) Akmoulin, I. A., Djahazi, M., Buravova, N. D. and Jonas, J. J., 1993, "Superplastic Forging Procedures for Manufacture of Ceramic Yttria Stabilized Tetragonal Zirconia Products," *Mat. Sci. and Engrg.*, Vol. 9, pp. 26~33.
- (3) Chen, I. W and Xue, L. A., 1990, "Development of Superplastic Structural Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 73, No. 9, pp. 2585~2609.
- (4) Schwartz, M. M., 1992, *Handbook of Structural Ceramics*, McGraw-Hill Inc.
- (5) Reed, J. S., 1988, *Introduction to the Principles of Ceramic Processing*, John Wiley & Sons, Inc., New York.
- (6) Besson, J. and Abouaf, M., 1991, "Behavior of Cylindrical HIP Containers," *Int. J. Solids and Struct.*, Vol. 28, No. 6, pp. 691~702.
- (7) Xu, J. and McMeeking, R. M., 1992, "An Analysis of The Can Effect in Isostatic Pressing of Copper Powder," *Int. J. Mech. Sci.*, Vol. 34, No. 2, pp. 167~174.
- (8) Li, W. B., Ashby, M. F. and Easterling, K. E., 1987, "On Densification and Shape Change during Hot Isostatic Pressing," *Acta Metallurgica*, Vol. 35, No. 12, pp. 2831~2842.
- (9) 권영삼, 김기태, 1996, "세라믹 분말의 고온 치밀화 성형 (1) — 구성모델과 실험," 대한기계학회논문집, 제19권, 제10호, pp. 2555~2566.
- (10) 권영삼, 김기태, 1996, "세라믹 분말의 고온 치밀화 성형 (2) — 먹수법칙 크리프와 마찰의 영향," 대한기계학회논문집, 제19권, 제10호, pp. 2567~2577.
- (11) Shepard, L. M., 1990, "Automotive Performance Accelerates with Ceramics," *Ceramic Bulletin*, Vol. 69, No. 6, pp. 1012~1021.
- (12) Kuhn, L. T. and McMeeking, R. M., 1992, "Power-Law Creep of Powder Bonded by Isolated Contacts," *Int. J. Mech. Sci.*, Vol. 34, No. 7, pp. 563~573.
- (13) Sofronis, P. and McMeeking, R. M., 1992, "Creep of Power-Law Material Containing Spherical Voids," *J. Applied Mech.*, Vol. 59, pp. s88~s95.
- (14) 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.
- (15) Coble, R. L., 1970, "Diffusional Models for Hot Pressing with Surface Energy and Pressure Effects as Driving Forces," *J. Appl. Phys.*, Vol. 41, No. 12, pp. 4798~4807.
- (16) Frost, H. J. and Ashby, M. F., 1982, "Deformation-Mechanism Maps, The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics," Pergamon Press., U. S. A.
- (17) Ashby, M. F., 1990, "Background Reading," HIP 6.0, Univ. of Cambridge., U. K.
- (18) *ABAQUS User's I and II Manual*, Hibbit, Karlsson and Sorensen, 1992.
- (19) Dorre, E. and Hubner, H., 1984, *Alumina*, Springer-Verlag, New York.
- (20) Lewis, J. R., 1977, "Chapter 19. Physical Properties of Stainless Steels"; pp. 720-40 in *Handbook of Stainless Steels*. Edited by Peckner, D. and Bernstein, I. M., McGraw-Hill, New York.