

알루미나 분말 성형체의 고온 치밀화 성형 공정을 위한 유한요소해석

권영삼 · 김기태

포항공과대학교 기계공학과
(1993년 9월 22일 접수)

Finite Element Analysis for High Temperature Densification Processing of Alumina Powder Compacts

Y. S. Kwon and K. T. Kim

Department of Mechanical Engineering Pohang University of Science and Technology
(Received September 22, 1993)

요 약

알루미나 분말 성형체의 고온 성형 공정 중 크리프 치밀화와 결정립 성장을 조사하였다. 알루미나 분말 성형체의 크리프 치밀화와 결정립 성장을 해석하기 위하여 최근 Kwon과 Kim에 의하여 제안된 구성모델을 사용하였다. 구성모델로부터의 계산치를 문헌상의 알루미나 분말 성형체의 상압소결, 일축 압축소결 및 가압소결의 실험치와 비교검토하였다. 또한, 다양한 성형체 형상이나 복잡한 하중 조건에서의 고온 성형공정을 해석하기 위하여 구성방정식을 유한요소해석 프로그램(ABAQUS)에 적용하여 일축 압축소결이나 가압소결 중 금형과 성형체 또는 압반과 성형체 사이의 마찰 접촉이 알루미나 성형체 내부의 상대밀도 및 응력 상태에 미치는 영향을 조사하였으며 복잡한 형상을 갖는 고온 알루미나 부품 성형공정을 수치모사하였다.

ABSTRACT

Creep densification and grain growth of alumina powder compacts during high temperature processing were investigated. The creep densification and grain growth of alumina powder compacts during various sintering processes were analyzed by employing the constitutive model by Kwon and Kim. Theoretical results from the constitutive model were compared with various experimental data of alumina powder compacts in the literature including pressureless sintering, sinter forging and hot pressing. The proposed constitutive equations were implemented into finite element analysis program (ABAQUS) to simulate densification for more complicated geometry and loading conditions. The effects of friction between die and powder compact or punch and powder compact during sinter forging and hot pressing are investigated by using the finite element method. Also, high temperature forming processing of alumina compact with complicated shape was simulated.

1. 서 론

고온 세라믹 제조공정 및 세라믹 부품 성형공정을 해석하기 위해서는 일반 3차원 하중하의 다공질 분말 성형체의 치밀화를 예측할 수 있는 구성모델이 필요하다. 구성모델은 고온 치밀화 변형하에서 세라믹의 크리프 변형률 속도와 결정립 성장속도를 적절히 예측할 수 있어야 하며 이와 같은 구성이론은 Ashby와 그의 공동

연구자들^{1,2)}, Du와 Cocks³⁾ 및 McMeeking과 Kuhn⁴⁾ 등에 의하여 계속 개발되고 있다.

세라믹의 고온 성형을 위해서는 상압소결(pressureless sintering), 가압소결(hot pressing), 일축 압축소결(sinter forging) 및 열간 등가압 소결(hot isostatic pressing) 등이 주로 이용된다⁵⁾. 제안된 구성모델이 여러 고온 세라믹 성형공정에 적절히 적용되기 위해서는 다양한 하중 및 온도 조건에서의 실험치와 비교검토를 통하여 구성

모델의 신뢰성이 확인되어야 한다. 세라믹 분말 성형체의 고온 성형과정에서 가장 중요한 변수는 상대밀도와 결정립 크기이다. 잔류기공과 결정립 크기는 제조된 세라믹 부품의 기계적 특성에 큰 영향을 미치므로⁹ 잔류기공과 결정립 크기를 최대한 억제될 수 있도록 조절하여야 한다.

Besson과 Abouaf¹⁰는 유한요소법을 이용하여 열간 등 가압하에서 원추 및 원통형상을 갖는 알루미나 부품의 성형공정을 해석하여 최종 부품의 형상 및 부품 내부의 응력 상태를 조사하였다. 이와 같이 제안된 구성모델을 유한요소법에 적용하면 복잡한 형상, 다양한 온도조건 및 하중조건하에서도 고온 세라믹의 성형공정을 해석할 수 있으므로 실제 제조공정 개발에 매우 유용하게 사용될 수 있다. 특히, 일축 압축소결이나 가압소결시 금형과 성형체 혹은 압반과 성형체 사이의 접촉 마찰에 의하여 성형중 성형체에 균일한 압력이 가해지지 않으므로¹¹ 성형체는 불균일한 잔류 기공률 갖게 되며 이러한 경우 유한요소해석으로 성형체 내부에 작용하는 응력분포, 밀도분포 및 결정립 분포 등을 예측할 수 있으므로 매우 효과적이다.

최근 Kwon과 Kim⁹은 세라믹 성형체의 고온 치밀화 및 결정립 성장 해석을 위한 구성이론을 제안하였으며 제안된 구성이론을 이용하여 알루미나 분말 성형체의 가압소결하의 실험치를 해석하였다. 그러나, 구성이론에 포함된 재료상수들을 단지 일축 압축소결하의 실험치¹⁰로부터 시행오차범에 의하여 동시에 결정함에 따라 구해진 계수를 여러 온도 및 다양한 하중 조건에 적용하기에 제약을 받을 수 있다.

본 연구에서는 Kwon과 Kim⁹이 제안한 구성모델을 사용하여 문헌상의 알루미나 분말 성형체의 상압소결(pressureless sintering)¹¹, 일축 압축소결(sinter forging)¹⁰ 및 가압소결(hot pressing)¹²의 실험치를 해석하였다. 구성이론에 포함된 재료상수들은 Kwon과 Kim⁹의 방법과 달리 정수응력(hydrostatic stress) 성분만이 존재하는 상압 소결의 실험치와 정수응력과 편차응력 성분이 모두 존재하는 일축 압축소결의 실험치로부터 각각 재료상수를 구하는 체계적인 방법을 사용하였다. 또한, 제안된 구성이론과 새로 구해진 재료상수들을 유한요소법에 적용하여 일축 압축소결과 가압소결 시 금형과 성형체 사이에 작용하는 마찰이 성형체 내부의 상대밀도 분포와 응력분포에 미치는 영향을 조사하였으며 임의 형상의 금형에 의한 고온 알루미나 부품 성형공정을 수치모사하였다.

2. 이론적 해석

2.1. 크리프 변형률 속도

세라믹의 변형 거동을 해석하기 위해서는 일반 3차원 하중하에서의 크리프 변형률 속도 및 결정립 성장속도가 적절히 정의되어야 한다. 세라믹 분말 성형체의 소결 치밀화 거동은 치밀화 기구가 달라짐에 따라 상대밀도 0.9 이하의 초기단계와 상대밀도 0.9 이상의 말기단계로 구분하여 고려할 수 있다²³. 일반적으로 분말 성형체의 크리프 변형률 속도 $\dot{\epsilon}_v$ 는 다음과 같이 표현된다¹⁴.

$$\dot{\epsilon}_v = \frac{\sigma_v'}{2\mu_p} + \frac{1}{3\kappa_p}(\sigma_m - \sigma_s)\delta_v \quad (1)$$

여기서 σ_v' 과 σ_m 은 각각 가해진 응력의 편차성분과 정수성분을 나타내며 μ_p 와 κ_p 는 분말 성형체의 상당 전단 점성계수와 상당 체적 점성계수를 나타낸다. 또한 δ_v 는 크로네커 델타(Kronecker delta)이며 δ 는 상압 소결시의 소결 구동력인 소결 포텐셜(sintering potential)을 나타낸다. 식 (1)에서 분말 성형체의 상당 전단 점성계수 μ_p 와 상당 체적 점성계수 κ_p 는 상대밀도의 함수이며 이 계수들은 다음과 같이 구할 수 있다.

Helle 등¹⁵은 확산 크리프하의 동가압 하중조건에서 다음과 같이 소결 치밀화 초기 단계에서의 치밀화 속도 \dot{p} 를 구하였다.

$$\dot{p} = \frac{-43(1-\rho_o)^2}{(\rho-\rho_o)^2} \frac{D_{eff}^{(a)} \Omega}{kTR^3} (\sigma_m - \sigma_s), \\ D_{eff}^{(a)} = \delta D_b + R(\rho-\rho_o)D_v \quad (2)$$

여기서 ρ_o , $D_{eff}^{(a)}$, Ω , k , R 및 T 는 각각 초기 상대밀도, 초기 단계에서의 유효 확산계수, 원자 체적, 볼츠만 상수, 입자의 반경 및 절대온도를 나타낸다. 또한 δ , D_b 및 D_v 는 각각 입자의 두께, 입자 확산계수 및 체적 확산계수를 나타낸다.

치밀화 속도 \dot{p} 와 체적 변형률 속도 $\dot{\epsilon}_{kk}$ 의 관계($\dot{p} = -\dot{\rho}\dot{\epsilon}_{kk}$)와 식 (2)를 이용하면 다음과 같이 κ_p 를 구할 수 있다.

$$\kappa_p = \frac{\rho(\rho-\rho_o)^2}{43(1-\rho_o)^2} \frac{kTR^3}{D_{eff}^{(a)} \Omega} \quad (3)$$

Rahaman 등¹³은 입계확산이 주된 변형기구인 경우 다음과 같이 유효 변형률 속도를 나타내었다.

$$\dot{\epsilon}_e = \frac{C'D_{eff}\Omega\sigma_v\phi}{kTR^3} \quad (4)$$

여기서 C' 와 σ_e 는 재료상수의 유효응력을 나타내며 D_{eff} 은 유효 확산계수이다. 또한, ϕ 는 응력 집중계수로서 초기 단계와 말기단계에서 각각 다음과 같이 나타낼 수 있다^{1,14)}.

$$\phi = \frac{(1-\rho_o)}{\rho^2(\rho-\rho_o)}, \quad \phi = \frac{1}{\rho} \quad (5)$$

유효 변형률 속도 $\dot{\epsilon}_e$ 와 상당 전단 점성계수 μ_p 의 관계 ($\dot{\epsilon}_e = \sigma_e/3\mu_p$)와 식 (4), (5)로부터 다음과 같이 μ_p 를 구할 수 있다.

$$\mu_p = \frac{\rho^2(\rho-\rho_o)}{3C_1(1-\rho_o)} \cdot \frac{kTR^3}{D_{eff}^{(b)}\Omega} \quad (6)$$

따라서 식 (3)과 (6)을 식 (1)에 대입하면 상대밀도 0.9 이하의 초기단계에서 크리프 변형률 속도식은 다음과 같다⁹⁾.

$$\dot{\epsilon}_p = \frac{(1-\rho_o)}{\rho(\rho-\rho_o)} \cdot \frac{D_{eff}^{(b)}\Omega}{kTR^3} \left\{ \frac{3C_1}{2\rho} \sigma_p' + C_2 \frac{(1-\rho_o)}{(\rho-\rho_o)} (\sigma_m - \sigma_s) \delta_{ij} \right\} \quad (7)$$

여기서 C_1 과 C_2 는 실험치로부터 결정되는 재료상수이다. 소결 치밀화의 말기단계에서 Helle 등¹⁰은 다음과 같이 치밀화 속도 $\dot{\rho}$ 을 표현하였다.

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

$$D_{eff}^{(b)} = \delta D_b + R \left(\frac{1-\rho}{6\rho} \right)^{1/3} D_v \quad (8)$$

여기서 $D_{eff}^{(b)}$ 는 상대밀도 0.9 이상에서의 유효 확산계수이다. 따라서 식 (8)을 이용하면 κ_p 는 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$\kappa_p = \frac{\rho}{270(1-\rho)^{1/2}} \cdot \frac{kTR^3}{D_{eff}^{(b)}\Omega} \quad (9)$$

또한, 식 (4), (5)₂로부터 다음과 같이 말기단계에서의 μ_p 를 구할 수 있다.

$$\mu_p = \frac{\rho}{3C_3} \cdot \frac{kTR^3}{D_{eff}^{(b)}\Omega} \quad (10)$$

따라서 상대밀도 0.9 이상의 말기단계에서는 크리프 변형률 속도식을 다음과 같이 쓸 수 있다⁹⁾.

$$\dot{\epsilon}_p = \frac{1}{\rho} \cdot \frac{D_{eff}^{(b)}\Omega}{kTR^3} \left\{ \frac{3C_3}{2} \sigma_p' + C_4(1-\rho)^{1/2} (\sigma_m - \sigma_s) \delta_{ij} \right\} \quad (11)$$

여기서 C_3 과 C_4 는 실험치로부터 결정되는 재료상수이다.

식 (7)과 (11)에서 재료상수들인 C_1 , C_2 , C_3 및 C_4 는 각각 실험치로부터 결정될 수 있으나 결정되어야 할 계수의 수를 줄이기 위하여 각 치밀화 단계에서의 연속조건을 사용하여 C_1 과 C_2 를 각각 C_3 과 C_4 의 항으로 구하였다. 즉, 상당 전단 점성계수가 상대밀도 $\rho=0.9$ 에서 같아야 하는 조건으로부터 C_1 을 다음과 같이 C_3 의 항으로 나타낼 수 있다.

$$C_1 = \frac{0.9(0.9-\rho_o)C_3}{(1-\rho_o)} \quad (12)$$

또한, 식 (7)의 두번째항에 포함된 C_2 는 C_1 과 유사하게 각 치밀화 단계에서의 상당 체적 점성계수가 상대밀도 $\rho=0.9$ 에서 같아야 하는 조건으로부터 다음과 같이 C_4 의 항으로 나타낼 수 있다.

$$C_2 = \frac{(0.1)^{1/2}(0.9-\rho_o)^2 C_4}{(1-\rho_o)^2} \quad (13)$$

따라서 식 (11)의 크리프 변형률 속도식에서 C_3 과 C_4 를 구하면 식 (12)와 (13)으로부터 C_1 과 C_2 를 계산할 수 있다.

식 (12)와 (13)에서 C_1 과 C_2 는 초기 상대밀도 ρ 의 함수가 되며 재료상수인 C_3 과 C_4 가 같은 알루미나 성형체인 경우라도 초기 상대밀도 ρ 의 차이에 의하여 다른 C_1 과 C_2 의 값을 갖게 된다. C_3 과 C_4 가 같은 재료라 할지라도 초기 상대밀도 ρ 의 차이에 의하여 초기 크리프 변형식 (7)에 포함된 계수 C_1 과 C_2 의 값이 달라지므로 ρ 의 차이에 의하여 다른 크리프 변형거동을 하게됨을 의미하며 Bruch¹⁵⁾ 및 Rahaman 등¹⁶⁾이 각각 알루미나의 상압 소결과 산화아연(ZnO)의 일축 압축소결중 치밀화 거동과 크리프 거동에 대한 초기 상대밀도의 영향을 보고한 바 있음을 감안할 때 식 (12)와 (13)의 사용은 타당하다.

2.2. 결정립 성장속도

Besson과 Abouaf¹⁷⁾ 및 Rahaman 등¹⁸⁾은 각각 알루미나의 열간 등가압 소결과 산화카드뮴(CdO)의 일축 압축소결중 결정립 성장에 대한 상대밀도의 영향은 거의 없음을 관찰하였으며 상압소결시 결정립 성장은 다음의 결정립 성장속도식으로 적절히 표현할 수 있었다.

$$\dot{G}_s = \frac{k}{G^m} \quad (14)$$

여기서 \dot{G}_s 와 G 는 각각 상압소결에서의 결정립 성장속도와 결정립의 크기를 나타낸다. 또한, m 은 재료상수이며 k 는 온도만의 함수로서 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$k = k_0 \exp(k' T) \quad (15)$$

여기서 k_0 와 k' 은 실험치로부터 결정되는 재료상수이다.

Venkatachari와 Raj^{10,15}는 초기 성형밀도가 0.42인 알루미나 분말 성형체와 초기 상대밀도가 0.995 이상인 알루미나 소결체 각각에 대하여 다양한 하중하의 일축 압축소결(sinter forging)의 실험치로부터 결정립 성장이 시간 뿐만 아니라 변형률 속도에 의존함을 보였다. 또한, Wilkinson과 Cáceres¹⁹는 크리프 변형중 결정립의 미끄러짐(sliding)으로 인한 결정립 성장 모델을 제안하였다. 결정립의 미끄러짐은 입계의 교차점(triple junctions)에서의 변형을 야기시켜 이러한 변형에너지는 결정립의 이동에 의하여 완화되므로 결정립의 이동이 결정립 성장을 향상시키며 큰 변형속도를 갖지 않는 경우 이 모델로부터 다음과 같은 결정립 성장 속도식을 유도할 수 있다¹⁹.

$$\dot{G} = \dot{G}_s + aG\dot{\epsilon}_e \quad (16)$$

여기서 a 는 결정립 크기 분포에 의존하는 상수이며 $\dot{\epsilon}_e$ 는 유효 변형률 속도를 나타낸다.

Besson과 Abouaf¹⁷는 열간 등가압 소결중 알루미나 분말 성형체가 완전히 치밀화된 이후에도 지속적인 열간 등가압을 유지하는 경우 상압소결중의 결정립 성장속도보다 빠른 결정립 성장을 관찰하였다. 따라서 그들은 이러한 현상을 고려할 수 있는 결정립 성장 모델을 다음과 같이 제안하였다.

$$\dot{G} = \dot{G}_s + a_1 D \quad (17)$$

여기서 a_1 은 온도에 의존하는 재료상수, D 는 손상 집중(damage concentration)을 각각 나타내며 D 는 다음과 같이 나타내었다.

$$\dot{D} = a_2 \sigma_y \dot{\epsilon}_y - a_3 D \quad (18)$$

여기서 a_2 와 a_3 은 a_1 과 같이 온도에 의존하는 재료상수이다.

본 연구에서는 다공질 알루미나 성형체의 완전한 치밀화가 주된 목적이므로 완전 치밀화 이후의 지속적인 하중 및 온도의 유지에 의한 결정립 성장, 즉 식 (17)과 (18)에 의한 결정립 성장속도식은 고려하지 않았다. 또한, Wilkinson과 Cáceres¹⁹가 제안한 식 (16)과 유사하지만 유효 변형률 속도 $\dot{\epsilon}_e$ 를 보다 일반적인 형태로 나타낸 다음과 같이 결정립 성장속도식을 제안하였다.

$$\dot{G} = \dot{G}_s + k_1 G (\dot{\epsilon}_y \dot{\epsilon}_y)^{1/2} \quad (19)$$

여기서 k_1 은 온도에만 의존하는 양의 상수값이다. 또한, 기공이 없는 재료의 유효 변형률 속도 $\dot{\epsilon}_e$ 는 비임축성이므로 일반적으로 편차 변형률 속도 성분 $\dot{\epsilon}_y$ 만의 항으로 표현되나 $(= (2/3)\dot{\epsilon}_y^2)^{1/2}$ 기공이 있는 압축성 재료에 대한 유효 변형률 속도 $\dot{\epsilon}_e$ 는 정수압 변형률 속도 성분과 편차 변형률 속도 성분이 모두 포함된 식 (19) 우변의 둘째 항과 같이 $k_1(\dot{\epsilon}_y \dot{\epsilon}_y)^{1/2}$ 로 나타내는 것이 타당하다.

2.3. 소결 포텐셜

소결 포텐셜은 기공과 결정립계의 계면에너지에 기인한 소결 구동력이다. Ashby²⁰는 상대밀도와 결정립 크기의 함수로 소결 포텐셜 σ_s 를 초기단계($p < 0.9$)에서는

$$\sigma_s = \frac{3\gamma}{R} p^2 \left[\frac{2p - p_0}{1-p} \right] \quad (20)$$

을 구하였고 말기단계($0.9 < p < 1$)에서는

$$\sigma_s = \frac{2\gamma}{r} \quad (21)$$

을 구하였다. 여기서 γ 는 단위 면적당 자유 표면에너지이며 r 은 기공의 반경($= R((1-p)/6p)^{1/3}$)이다.

Rahaman 등¹³, Hsueh 등²⁰ 및 Venkatachari와 Raj¹⁰는 초기 결정립 크기가 $1.0 \mu\text{m}$ 이하인 세라믹 분말 성형체를 사용한 일축 압축소결과 가압소결로부터 소결 포텐셜 σ_s 이 상대밀도에 따라 큰 차이를 보이지 않으며 σ_s 의 크기는 대략 1 MPa 정도임을 보였다. 하지만 알루미나의 자유 표면에너지 $\gamma = 0.9 \text{ J/m}^2$ 임을 고려할 때²¹ 소결 포텐셜 $\sigma_s = 1 \text{ MPa}$ 은 식 (20)과 (21)로부터 단지 입자반경 R 이 대략 $5 \mu\text{m}$ 내외인 경우에 구해지며 입자 반경이 $5 \mu\text{m}$ 이하인 미세한 알루미나 입자의 경우 1 MPa 보다 훨씬 큰 값을 갖게 된다.

Du와 Cocks³는 소결 포텐셜 $\sigma_s = 1 \text{ MPa}$ 인 경우와 식 (17)과 (18)을 사용한 각각의 경우에 대하여 알루미나 분말 성형체의 상압소결의 실험치¹¹를 해석하였다. 그러나 Du와 Cocks³의 해석에서 소결 포텐셜 $\sigma_s = 1 \text{ MPa}$ 인 경우와 식 (20)과 (21)을 사용한 각각의 경우 초기 결정립 크기가 $0.3 \mu\text{m}$ 인 실험치와 잘 일치하도록 결정된 그들의 구성 이론에 포함된 여러 계수들 사이에는 큰 차이를 보이고 있으며 미세한 알루미나 입자의 경우 식 (20)과 (21)의 사용은 부적절하다.

이상을 고려하여 본 논문에서는 미세한 알루미나 입자($R < 1 \mu\text{m}$)의 경우 식 (20)과 (21) 대신 소결 포텐셜 $\sigma_s = 1 \text{ MPa}$ 을 사용하였다.

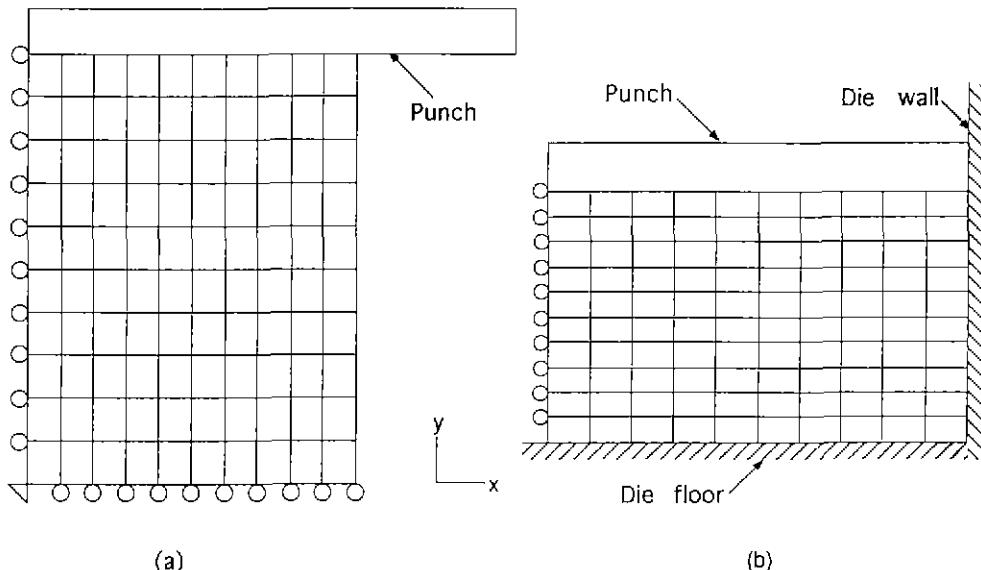


Fig. 1. Finite element meshes and boundary conditions for (a) sinter forging, (b) hot pressing of alumina powder compact.

3. 실험치와의 비교 검토

알루미나 분말성형체의 고온 변형을 해석하기 위하여 제안된 구성 방정식들인 식 (7), (11), (14) 및 (19)를 이용할 때 우선적으로 구성방정식들에 포함된 여러 재료상수들을 고려하여야 한다. 식 (7)과 식 (11)의 크리프 변형률 속도식에 포함된 재료상수들중 상대밀도에 따른 유효 확산 계수들인 $D_{eff}^{(4)}$ 과 $D_{eff}^{(5)}$ 는 Helle 등¹¹⁾의 값을 사용하였다(참고문헌¹¹⁾의 Table 1 참조).

그외의 재료상수들중 정수압 반응에 포함된 상수들 C_1 , k_0 및 k' 는 구성방정식들을 Coble¹¹⁾이 구한 1470~1675°C의 온도 범위에서의 상압 소결(pressureless sintering)의 실험치와 비교하여 구하였다. 또한, 편차응력의 반응에 포함된 상수들 C_3 과 k_1 은 이미 구한 C_4 , k_0 및 k' 와 구성방정식을 Venkatachari와 Raj¹⁰⁾가 구한 1500°C에서의 일축 압축소결(sinter forging)의 실험치와 비교하여 구하였으며 이와같이 결정된 재료상수들을 이용한 이론치를 Son 등¹²⁾이 1550°C에서 구한 가압 소결(hot pressing)의 실험치와 비교검토하였다.

한편, 일축 압축소결과 가압소결중 성형체는 암반 또는 금형과 마찰 접촉을 하게 되며 이와같은 마찰의 영향을 고려하기 위하여 본 연구에서는 구성 방정식들인 식 (7), (11) 및 (19)를 유한요소해석 프로그램인 ABAQUS²¹⁾를 사용하여 알루미나 분말 성형체의 일축 압축소결과 가

압소결을 해석하였다. Fig. 1의 (a)와 (b)는 각각 일축 압축소결과 가압소결 해석에 사용된 축대칭인 알루미나 성형체의 유한요소 모델의 크기는 실제 실험에 사용된 알루미나 성형체와 같도록 하였으며 일축 압축소결의 경우 초기 높이 $h_0=20\text{ mm}$, 직경 $d_0=15\text{ mm}$ ¹¹⁾ 가압 소결의 경우 초기 높이 $h_0=17\text{ mm}$, 직경 $d_0=55\text{ mm}$ ¹²⁾이었다¹²⁾.

Fig. 1(a)에서와 같이 일축 압축소결의 경우 x축과 y축 각자에 대하여 대칭이므로 전체 단면의 1/4에 대해서만 축대칭 해석하였으며 가압소결의 경우 금형의 양단에서 동시에 가압하는 경우 전체의 1/4에 대한 해석만으로 충분하지만 한쪽 방향은 고정되어 있고 다른 한쪽 방향만으로의 가압시 y축에 대해서만 대칭이므로 전체 단면의 1/2에 대한 축대칭 해석이 필요하다. 본 논문에서 인용한 가압소결의 실험¹²⁾은 y축 방향만으로의 가압에 의하여 수행되었으므로 Fig. 1(b)와 같이 전체의 1/2에 대한 해석을 하였다. 일축 압축소결과 가압소결 각각의 해석에 사용된 요소는 8절점 축대칭 요소로서 요소의 개수는 100개를 사용하였다.

3.1. 상압 소결(pressureless sintering)

Coble¹¹⁾은 평균 입자크기가 0.3 μm인 알루미나 분말 (Linde A-5175)로 성형된 압축 시편을 다양한 온도에서

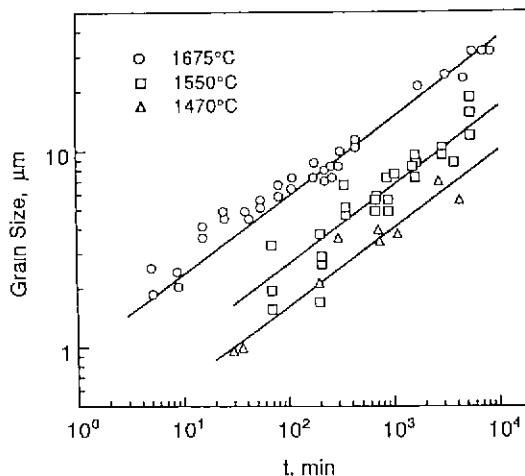


Fig. 2. Comparison between experimental data (○, □, △) of Coble¹¹⁾ and calculated results (solid) for grain size vs time of alumina powder compacts during pressureless sintering at various temperature.

상압 소결하여 시간에 따른 축변형률, 상대밀도 및 결정립 크기 등을 측정하였다. 사용된 압축 시편의 초기 성형 상대밀도(green relative density)는 각각 0.47과 0.41이다.

식 (7)에 포함된 초기 상대밀도 p_0 는 그 선택에 의하여 치밀화의 초기 단계에서의 시간에 따른 상대밀도 및 축변형률 등의 계산치가 민감하게 변하게 되므로 Du와 Cocks⁹⁾는 p_0 를 재료상수들과 같이 실험치로부터 결정하였다. 본 연구에서는 초기 상대밀도의 값으로 실제 실험¹¹⁾에서 구한 성형체의 초기 성형 상대밀도를 사용하였다.

식 (14)과 (15)에 포함된 재료상수들인 m , k_0 및 k' 은 다양한 온도에서의 상압 소결시 시간에 따른 결정립 성장의 실험치¹¹⁾와 계산치의 비교에 의하여 결정하였다. 여기서 $m=1.5$, $k_0=2.48 \times 10^{-31}(\text{m}^{2.5}/\text{sec})$, $k'=0.0158(\text{K}^{-1})$ 을 구하였다. Fig. 2는 다양한 온도에서의 상압 소결시 시간에 따른 결정립 성장의 실험치들¹¹⁾(○, □, △)과 이상에서 구한 재료상수들을 사용하여 식 (14)와 (15)로부터 구한 계산치(실선)들을 각각 나타낸다. 여기서 실선의 계산치는 실험치와 잘 일치하고 있으므로 m , k_0 및 k' 의 값이 타당함을 알 수 있다. 또한, 식 (11)에 포함된 재료상수인 $C_1=6.7$ 인 다양한 온도에서의 상압 소결시 시간에 따른 상대밀도의 실험치¹¹⁾와 계산치의 비교에 의하여 구하였다.

Fig. 3은 1480°C에서 상압 소결시 시간에 따른 상대밀도 변화의 실험치들¹¹⁾(실선)과 이상에서 구한 재료상

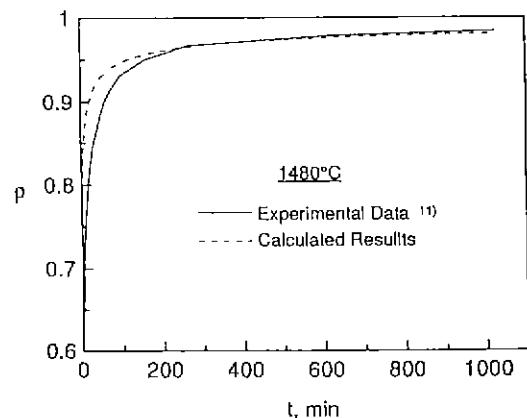


Fig. 3. Comparison between experimental data (solid) of Coble¹¹⁾ and calculated results (dashed) for relative density vs time during pressureless sintering at 1480°C.

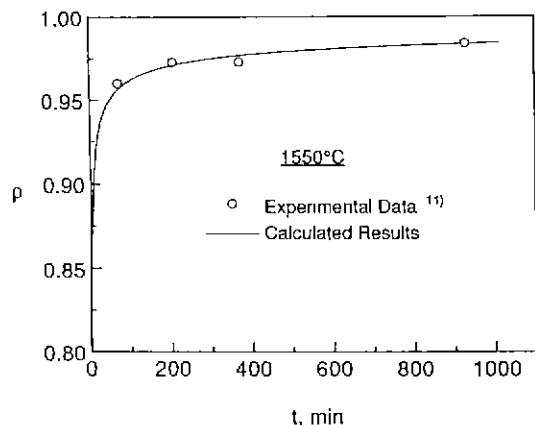


Fig. 4. Comparison between experimental data (○) of Coble¹¹⁾ and calculated results (solid) for relative density vs time during pressureless sintering at 1550°C.

수들을 이용하여 식 (7), (11) 및 (14)로부터 구한 계산치(점선)들을 각각 나타낸다. 여기서 실선의 실험치는 초기 상대밀도 $p_0=0.47$ 인 경우이며 계산치들은 실험치와 잘 일치하고 있음을 알 수 있다.

Fig. 4는 1550°C에서 상압 소결시 시간에 따른 상대밀도 변화의 실험치¹¹⁾(○)와 이상에서 구한 재료상수들을 이용하여 식 (7), (11) 및 (14)로부터 구한 계산치(실선)를 각각 나타낸다. 여기서 실험치(○)는 초기 상대밀도 $p_0=0.47$ 인 경우이며 계산치는 실험치와 잘 일치하고 있음을 알 수 있다.

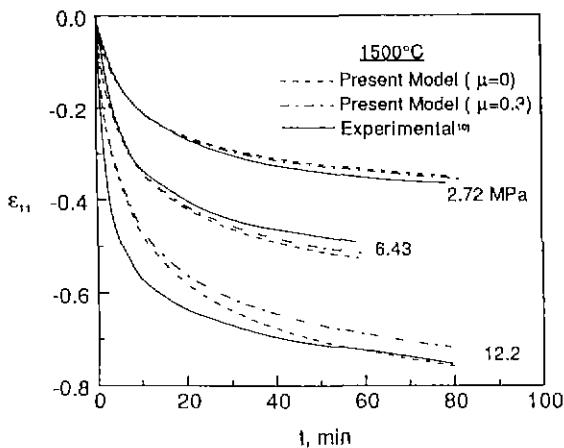


Fig. 5. Comparison between experimental data (solid) of Venkatachari and Raj¹⁰⁾ and calculated results (dashed, dash-dot) for axial strain vs time during sinter forging at 1500°C.

3.2. 일축 압축소결(sinter forging)

Venkatachari와 Raj¹⁰⁾는 고순도 알루미나 분말(Linde A, Union Carbide Corp., Indianapolis, IN)로 성형된 압축 시편을 1500°C의 온도에서 0.52~19 MPa의 다양한 일축 압축소결 실험을 하여 시간에 따른 축변형률, 상대밀도 및 결정립 크기 등을 측정하였다. 사용된 알루미나 분말 성형체의 평균 입자크기 $G_o=0.3 \mu\text{m}$ 이며 초기 성형 상대밀도는 0.42이다.

식 (11)과 식 (19)에 포함된 재료상수 C_3 과 k_1 은 일축 압축소결의 실험치¹⁰⁾와 계산치의 비교에 의하여 시행오차법으로 결정하였다. 여기서 $C_3=3.2$ 와 $k_1=0.2$ 를 구하였다. 위에서 구한 재료상수 C_3 과 초기 상대밀도 p_0 를 식 (5)에 대입하면 $C_1=2.4$ 를 구할 수 있다.

식 (7)과 (11)의 크리프 변형률 속도의 구성방정식으로부터 크리프 변형률을 계산할 때 초기 일축 압축하중을 기한 직후 성형체의 상대밀도의 초기치 p_i 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 12.2 MPa 이하의 모든 하중에 대하여 같은 상대밀도의 초기치 p_i 를 갖는다고 가정하였으며⁹⁾ 실험치로부터 구해진 상대밀도의 초기치 $p_i=0.64$ 이다. 또한, 일축 압축소결의 실험치¹⁰⁾로부터 주어진 초기 결정립의 크기 G_o 와 초기 상대밀도 p_0 는 가해진 축하중의 크기에 관계없이 대략 $G_o=0.68 \mu\text{m}$ 및 $p_0=0.42$ 이다.

Fig. 5는 1500°C에서 일축 압축소결시 초기에 가해진

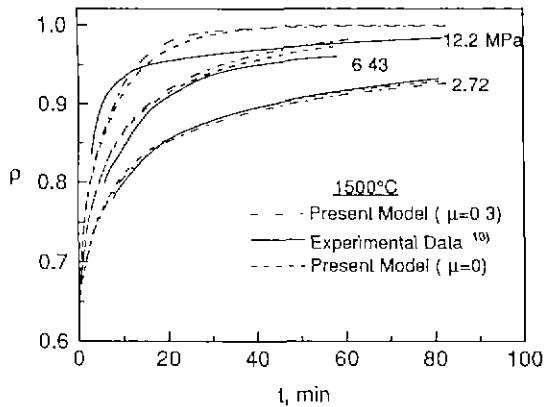


Fig. 6. Comparison between experimental data (solid) of Venkatachari and Raj¹⁰⁾ and calculated results (dashed, dash-dot) for relative density vs time during sinter forging at 1500°C.

압축응력이 각각 2.72 MPa, 6.43 MPa 및 12.2 MPa인 경우 시간에 따른 축변형률 ϵ_{11} 의 실험치들¹⁰⁾(실선)과 이상에서 구한 재료상수들을 사용하여 유한요소법으로 구한 계산치(점선, 일점쇄선)들을 각각 나타낸다. 여기서 점선은 일축 압축소결시 압반과 성형체 사이에 마찰이 없는 경우($\mu=0$)이며 일점쇄선은 압반과 성형체 사이에 마찰이 있는 경우($\mu=0.3$)의 계산치들을 각각 나타낸다. 유한요소법으로 계산된 축변형률은 마찰이 없는 경우 균일한 변형이 일어나므로 성형체 내부에서 같은 크기의 축변형률을 갖게 되지만 마찰이 있는 경우 배불림(barrelling)이 수반되므로 성형체 내부에서 축변형률의 크기가 균일하지 않게 된다. 따라서 일점쇄선으로 표시된 계산치는 유한요소법으로 계산된 성형체의 전체 축변형량을 이용하여 계산된 평균 축변형률이다. Fig. 5에서 실험치와 계산치들은 잘 일치하고 있으며 초기 압축응력이 2.72 MPa일 때 마찰이 있는 경우(일점쇄선)와 마찰이 없는 경우(점선)의 계산치는 잘 일치하나 초기 압축응력이 커짐에 따라 마찰의 영향이 커지게 되어 마찰이 있는 경우(일점쇄선)의 계산치는 마찰이 없는 경우(실선)의 계산치에 비하여 시간에 따른 축변형률이 작아짐을 알 수 있다.

Fig. 6은 1500°C에서 일축 압축소결시 초기에 가해진 압축응력이 각각 2.72 MPa, 6.43 MPa 및 12.2 MPa인 경우 시간에 따른 상대밀도 변화의 실험치들¹⁰⁾(실선)과 (7), (11) 및 (19)로부터 구한 계산치(점선, 일점쇄선)들을 각각 나타낸다. 여기서 점선은 압반과 성형체 사이에 마찰이 없는 경우이며 일점쇄선은 마찰이 있는 경우($\mu=$

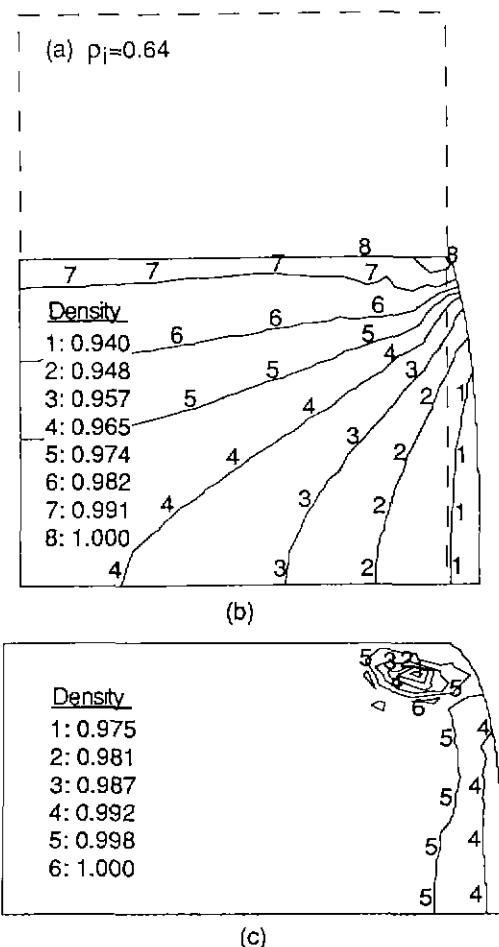


Fig. 7. Relative density contour plots of an alumina powder compact with $p=0.42$ during sinter forging under initial axial stress $\sigma_{11}=12.2$ MPa after (a) $t=0$ min; (b) $t=16$ min; (c) $t=83$ min.

0.3)의 계산치들을 각각 나타낸다. 유한요소법으로 계산된 상대밀도의 크기는 마찰이 없는 경우 성형체 내부는 같은 크기의 상대밀도를 갖게 되나 마찰이 있는 경우 성형체 내부의 상대밀도는 균일한 크기를 갖지 않으므로 각 요소의 상대밀도를 합하여 전체 요소의 수로 나눈 평균밀도를 계산하였다. Fig. 6에서 초기 압축응력이 2.72 MPa으로 작을 때 마찰이 있는 경우(일점쇄선)와 마찰이 없는 경우(접선)의 계산치는 거의 차이가 없으나 압축응력이 커짐에 따라 마찰의 영향으로 마찰이 있는 경우의 계산치(일점쇄선)는 마찰이 없는 경우(접선)에 비하여 시간에 따른 상대밀도가 증가함을 알 수 있다.

Fig. 7은 일축 압축소결시 시간에 따른 성형체 내부의 상대밀도 분포를 나타내는 유한요소해석의 결과이다.

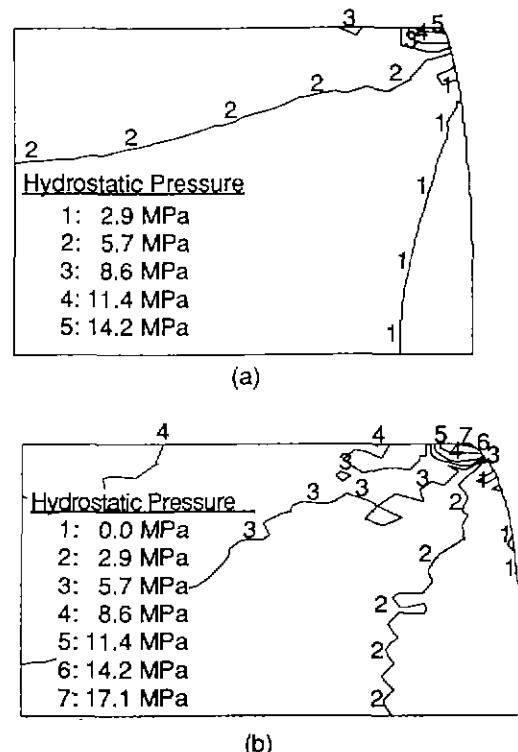


Fig. 8. Hydrostatic pressure contour plots of an alumina powder compact with $p=0.42$ during sinter forging under initial axial stress $\sigma_{11}=12.2$ MPa after (a) $t=16$ min; (b) $t=83$ min.

해석조건으로는 1500°C의 온도에서 일축 압축소결시 초기 성형 상태밀도 $\rho=0.42$ 이며 가해진 초기 압축응력이 12.2 MPa, 성형체와 압반 사이에 마찰이 있는 경우($\mu=0.3$)를 고려하였다. 여기서 접선으로 표시된 (a)는 압축응력을 가하기전인 초기 상태로서 상대밀도 $\rho_i=0.64$ 이며 (b)와 (c)는 12.2 MPa의 초기 압축응력을 가한 후 16분 및 83분 경과후의 상대밀도분포를 나타내며 평균 상대밀도는 각각 $\rho=0.969$ 와 $\rho=0.999$ 를 갖는다. Fig. 7에서 압반과 성형체 사이의 마찰의 영향으로 배불림을 보이며 시간이 증가함에 따라 성형체의 상대밀도가 증가하고 있으며 배불림의 영향으로 성형체의 바깥 표면의 상대밀도가 성형체 내부의 상대밀도에 비하여 낮음을 알 수 있다.

Fig. 8은 일축 압축소결시 시간에 따른 성형체 내부의 정수압(hydrostatic pressure)의 분포를 나타내는 유한요소해석의 결과이며 해석 조건은 Fig. 7의 경우와 같다. 여기서 압반과 성형체 사이의 마찰이 없는 이상적인 경우에 균일한 정수압이 작용되어 하지만 마찰의 영향

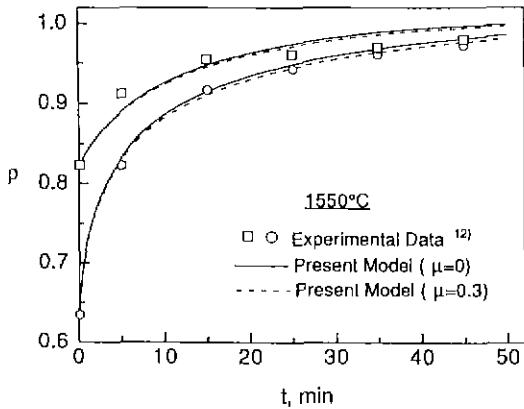


Fig. 9. Comparison between experimental data (□, ○) of Son et al.¹²⁾ and calculated results (solid, dashed) for relative density vs time during hot pressing at 1550°C.

으로 성형체 내부에 불균일한 정수압이 가해지며 성형체 바깥면 부근에서 가장 작은 정수압이 작용되고 있으므로 Fig. 7에서와 같이 성형체내에서 치밀화가 가장 작게 일어남을 알 수 있다. 또한, 시간의 경과에 따라 가해지는 정수압의 크기가 작아지는 이유는 일축 압축소결시 압반에 가해지는 압축하중은 일정하게 유지되지만 단면적은 시간 경과에 따라 증가하기 때문이다.

3.3. 가압소결(hot pressing)

Son 등¹²⁾은 평균 입자크기가 0.4 μm인 고순도 알루미나 분말(AL-160SG-1, Showa Keikinzoku Co. Ltd., Tokyo, Japan)을 사용하여 상온 반복 압축하중을 가한 경우와 상온 반복하중을 가하지 않은 상태에서 각각 1550 °C의 온도에서 가압소결을 하여 치밀화와 결정립 성장을 조사하였다.

구성이론에 포함된 재료상수들중 식 (19)에 포함된 재료상수인 k_1 의 값은 가압소결의 실험치¹²⁾와 계산치의 비교에 의하여 구할 수 있으며 구해진 값은 $k_1=1.5$ 이다. 또한, 가압소결의 실험에서 상온 반복 압축하중을 가한 경우는 초기 상대밀도가 $\rho_0=0.52$ 이며 상온 반복하중을 가하지 않은 경우는 초기 상대밀도 $\rho_0=0.29$ 이다¹²⁾.

Fig. 9는 1550°C의 온도에서 가압소결시 금형에 가해진 압축응력이 10 MPa인 경우 시간에 따른 상대밀도 변화의 실험치¹²⁾(□, ○)와 앞에서 구한 재료상수들을 사용하여 유한요소법으로 구한 계산치(실선, 점선)들을 각각 나타낸다. 여기서 실험치(□)는 냉간 반복 압축하중을 가한 후 고온 금형 압축 크리프 실험을 수행한 경우로 초기

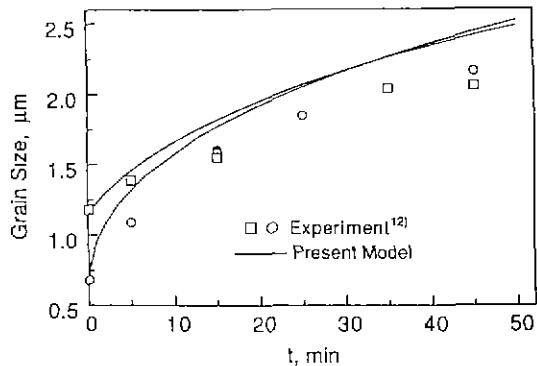


Fig. 10. Comparison between experimental data (□, ○) of Son et al.¹²⁾ and calculated results (solid) for grain size vs time during hot pressing at 1550°C.

결정립의 크기 $G_0=1.14 \mu\text{m}$ 이며 압축하중이 가해진 직후의 상대밀도는 $\rho_1=0.82$ 이다. 또한 실험치(○)는 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 상대밀도는 $\rho_1=0.63$ 이다. 실선은 가압소결시 금형 및 압반과 성형체 사이에 마찰이 없는 경우($\mu=0$)이며 점선은 마찰이 있는 경우($\mu=0.3$)의 계산치를 각각 나타낸다. 각각의 경우 계산치와 실험치들은 비교적 잘 일치하고 있으며 금형 및 압반과 성형체 사이의 마찰이 성형체의 평균 상대밀도 변화에 미치는 영향이 크지 않음을 알 수 있다. 이는 가압소결에 사용된 성형체의 종횡비(aspect ration)가 0.3 정도로 작으므로 성형체와 금형벽면과의 마찰 접촉 면적이 상당히 작기 때문이다.

Fig. 10은 금형에 가해진 압축응력이 10 MPa일 때 초기 결정립의 크기가 각각 0.68 μm과 1.14 μm인 경우 시간에 따른 결정립 성장의 실험치¹²⁾(○, □)와 구성방정식인 식 (7), (11) 및 (19)로부터 구한 계산치(실선, 점선)들을 각각 나타낸다. 여기서 금형 압축하중이 가해진 직후의 상대밀도 $\rho_1=0.82$ 인 실험치(□)의 경우 압축하중이 가해진 직후의 상대밀도 $\rho_1=0.63$ 인 실험치(○)에 비하여 시간에 따른 변형량이 작으므로 결정립 성장속도가 더 느리게 되어 초기 결정립의 크기는 2배 가량 크지만 시간이 경과함에 따라 $\rho_1=0.63$ 인 실험치에 비하여 결정립의 크기가 더 작음을 알 수 있다. 이러한 실험치들을 계산치가 다소 크게 예측하고 있으나 실험치와 유사한 경향을 보임을 알 수 있다.

Fig. 11은 가압소결시 시간에 따른 상대밀도 변화의

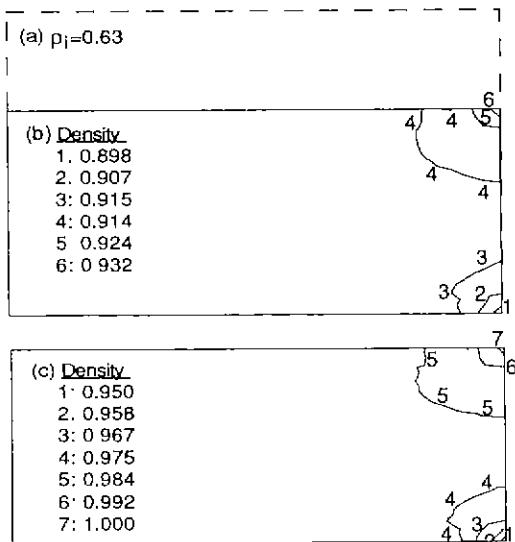


Fig. 11. Relative density contour plots of an alumina powder compact with $\rho=0.42$ during hot pressing under axial stress $\sigma_{11}=10 \text{ MPa}$ after (a) $t=0 \text{ min}$; (b) $t=18 \text{ min}$; (c) $t=50 \text{ min}$.

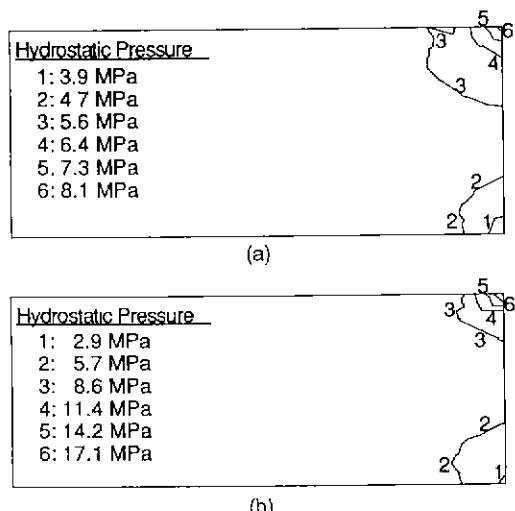


Fig. 12. Hydrostatic pressure contour plots of an alumina powder compact with $\rho=0.42$ during hot pressing under axial stress $\sigma_{11}=10 \text{ MPa}$ after (a) $t=18 \text{ min}$; (b) $t=50 \text{ min}$.

유한요소해석 결과이다. 해석 조건으로는 1550°C 의 온도에서 가압소결시 초기 상대밀도 $\rho_0=0.29$, 금형에 가해진 압축응력이 10 MPa 이며 초기 결정립의 크기가 $0.68 \mu\text{m}$ 인 경우 성형체와 금형 벽면 및 성형체와 압반 사이에

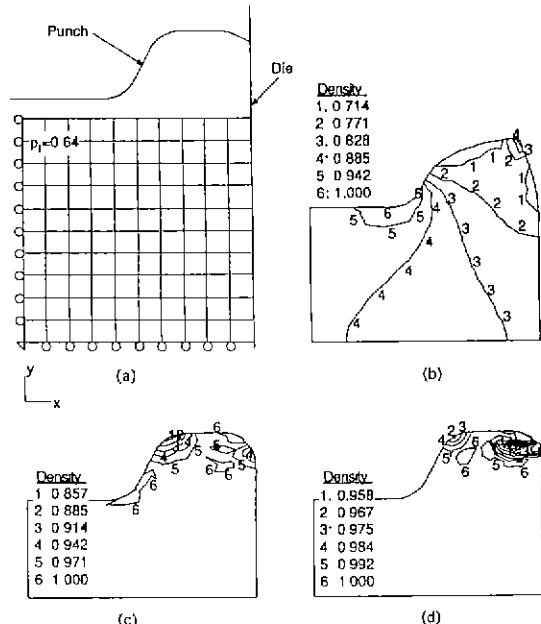


Fig. 13. Relative density contour plots of an alumina powder compact with $\rho=0.42$ during hot pressing after (a) $t=0 \text{ min}$; (b) $t=4 \text{ min}$; (c) $t=38 \text{ min}$; (d) $t=80 \text{ min}$.

각자 마찰이 있는 경우($\mu=0.3$)를 고려하였다. 여기서 점선으로 표시된 (a)는 초기 상태로서 상대밀도 $p_f=0.63$ 이며 (b)와 (c)는 18분 및 50분 경과후의 상대밀도 분포를 나타내며 식 (12)에 의하여 계산된 평균 상대밀도 $\rho=0.921$ 와 $\rho=0.981$ 를 갖는 경우이다. Fig. 11에서 금형과 성형체 사이의 마찰의 영향으로 성형체 바깥면의 상부에서의 상대밀도가 성형체내에서 가장 높으며 성형체 바깥면 하부의 상대밀도가 성형체내에서 가장 낮음을 알 수 있다. 특히, Fig. 11(c)에서는 평균 상대밀도가 0.983으로 이론밀도에 가까우나 성형체 바깥면의 하부 구석의 상대밀도는 0.95 미만으로 상당히 낮으므로 실제 가압 소결에 의한 부품의 성형시 취약한 부분으로 남을 수 있음을 알 수 있다.

Fig. 12는 금형에 가해진 압축응력이 10 MPa 이며 초기 결정립의 크기가 $0.68 \mu\text{m}$ 일 때 성형체와 금형 벽면 사이에 마찰이 있는 경우($\mu=0.3$) 시간에 따른 정수압 분포를 나타내는 유한요소해석의 결과이다. 여기서 금형과 성형체 사이의 마찰의 영향으로 성형체에 가해지는 정수압의 크기가 균일하지 않으며 성형체 바깥면의 하부에서 가장 낮은 정수압을 받고 있음을 알 수 있다.

3.4. 임의 형상 금형에 의한 가압소결

본 논문에서 고려하는 구성 이론과 새로 구해진 재료상수들을 이용한 계산치는 이상과 같은 여러 하중 조건에서 실험치와 비교적 잘 일치하였다. 따라서 이러한 구성 모델을 유한요소법에 적용하면 복잡한 형상의 알루미나 부품의 고온 성형공정을 효과적으로 개발할 수 있음을 보이기 위하여 임의의 형상을 갖는 금형에 의한 알루미나 분말 성형체의 고온 치밀화 성형 공정 수치 모사를 수행하였다.

Fig. 13은 알루미나 성형체를 가압소결하여 부품을 제조하는 경우 시간에 따른 치밀화 함께 형상의 변화를 나타내는 유한요소해석의 결과를 나타낸다. Fig. 13(a)는 해석에 사용된 알루미나 성형체의 초기 유한요소 격자와 금형의 형태를 나타내며 원통형인 모델의 대칭축은 y축이며 x축은 반경 방향을 나타낸다. 해석에 사용된 유한요소 모델의 크기는 초기 높이 $h_0 = 40\text{ mm}$, 직경 $d_0 = 40\text{ mm}$ 이며 가압하중은 15.3 kN 이다. 또한, 성형온도는 1500°C , 금형 및 압반과 성형체 사이의 마찰계수 $\mu = 0.1$, 성형체의 초기 상대밀도는 0.64로 균일하다고 가정하였다. Fig. 13의 (b), (c) 및 (d)는 각각 가압후 4분, 38분 및 80분 경과후를 나타낸다. 그림에서 초기 상대밀도가 낮은 가압초기에 그림 (b)와 같이 금형의 형상에 따라 큰 변형이 일어나며 시간이 경과함에 따라 변형은 크게 일어나지 않고 주로 치밀화만 일어남을 알 수 있다.

이와같이 알루미나 부품의 성형공정을 수치모사하여 각 변형 단계에서의 상대밀도, 결정립 크기 등을 시간에 따라 실험전에 예측할 수 있다. 따라서 반복된 수치모사에 의하여 가압하중, 온도 및 금형의 형상 등 여러 성형공정인자들에 대한 최적 조건을 찾을 수 있으므로 단지 실험에만 의존하는 세라믹 부품의 성형공정에 비하여 시행 오차의 횟수를 현저히 줄일 수 있다.

4. 결 론

알루미나 분말 성형체의 고온 성형 공정중 크리프 치밀화와 결정립 성장을 조사하기 위하여 실험치와 구성 모델의 비교 검토 및 유한요소해석의 결과로부터 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

- 최근 Kwon과 Kim에 의하여 제안된 구성 모델에 포함된 재료상수를 다양한 하중 조건하의 실험치와 계산치의 비교에 의하여 보다 체계적으로 구할 수 있었다. 여기서 결정된 재료상수를 사용하여 구성 방정식으로부터 구해진 계산치는 알루미나 분말 성형체의 상압소결, 일축 압축소결 및 가압소결하의 실험치와 비교적 잘

일치하였다.

- 제안된 구성 모델을 사용한 유한요소해석에 의하여 금형과 성형체 사이에 마찰이 존재하는 복잡한 하중 조건에서의 고온 성형중 성형체 내부의 응력상태와 성형체의 최종 변형 형상과 변형중 성형체 내부의 상대밀도 및 결정립 크기 분포 등을 예측할 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 1993년 한국과학재단 특정기초연구(K931-91)에서 지원된 연구비로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

REFERENCES

- A.S. Helle, K.E. Easterling, and M.F. Ashby, "Hot-Isostatic Pressing Diagrams: New Developments," *Acta Metall.*, **33**(12), 2163-2174 (1985).
- M.F. Ashby, Background Reading, HIP 6.0. Univ. of Cambridge (1990).
- 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).
- R.M. McMeeking and L.T. Kuhn, "A Diffusional Creep Law for Powder Compacts," *Acta Metall. Mater.*, **40**(5), 961-969 (1992).
- D.W. Richerson, Modern Ceramic Engineering, Properties, Processing, And Use In Design, Marcel Dekker Inc., New York (1992).
- E. Dorre and H. Hübner, Alumina, Processing, Properties, and Applications, Springer-Verlag, New York (1984).
- J. Besson and M. Abouaf, "Rheology of Porous Alumina and Simulation of Hot Isostatic Pressing," *J Am Ceram. Soc.*, **75**(8), 2165-2172 (1992).
- M.M. Schwartz, Handbook of Structural Ceramics, McGraw-Hill Inc. (1992).
- 권영삼, 김기태, "세라믹 분말 성형체의 크리프 치밀화 및 결정립 성장의 해석," *한국요업학회지*, **30**(4), 251-258 (1993).
- K.R. Venkatachari and R. Raj, "Shear Deformation and Densification of Powder Compacts," *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**(6), 499-506 (1986).
- R.L. Coble, "Sintering Crystalline Solids. II. Experimental Test of Diffusional Models in Powder Compacts," *J Appl. Phys.*, **32**(5), 793-799 (1961).
- 손전석, 서정, 백성기, 김기태, "상온 반복압축 후 가압소결에 의한 알루미나 분말의 소결특성-치밀화와 결정립 성장 및 파괴인성," *한국요업학회지*, **30**(1), 62-68

- (1993).
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. 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).
 15. C.A. Bruch, "Sintering Kinetics for the High Density Alumina Process," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **41**(12), 799-806 (1962).
 16. M.N. Rahaman, L.C. De Jonghe, and M.-Y. Chu, "Effect of Green Density on Densification and Creep During Sintering," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**(3), 514-519 (1991).
 17. J. Besson and M. Abouaf, "Grain Growth Enhancement in Alumina During Hot Isostatic Pressing," *Acta Metall. Mater.*, **39**(10), 2225-2234 (1991).
 18. K.R. Venkatachari and R. Raj, "Superplastic Flow in Fine-Grained Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**(2), 135-138 (1986).
 19. 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).
 20. 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).
 21. ABAQUS User's I and II Manual, Hibbit, Karlsson and Sorensen (1992).