

## 분말사출성형을 통해 제조된 PH 17-4 STS 강의 소결온도에 따른 인장 특성

성환진\* · 하태권\*\* · 안상호\* · 장영원\*\*

### Effect of Sintering Temperature on the Tensile Properties of Powder Injection Molded PH 17-4 STS

H. J. Sung, T. K. Ha, S. Ahn and Y. W. Chang

#### Abstract

Powder injection molding (PIM) uses the shaping advantage of injection molding but is applicable to metals and ceramics. This process combines a small quantity of polymer with an inorganic powder to form a feedstock that can be molded. After shaping, the polymeric binder is extracted and the powder is sintered, often to near-theoretical densities. Accordingly, PIM delivers structural materials in a shaping technology previously restricted to polymers. The process overcomes the shape limitations of traditional powder compaction, the costs of machining, the productivity limits of isostatic pressing and slip casting, and the defect and tolerance limitations of casting. The 17-4 PH stainless steel powders with average diameter of 10  $\mu\text{m}$  were injection-molded into flat tensile specimens. Sintering of the compacts was carried out at the various temperatures ranging from 900 to 1350°C. Sintering behavior of the compacts and tensile properties of sintered specimens were investigated.

**Key Words** : Powder Injection Molding, Sintering, Ultimate Tensile Strength, Porosity, 17-4 PH Stainless Steel

#### 1. 서 론

부품을 제조하는 공정으로는 주조, 기계가공, 단조 및 분말야금 등을 들수 있는데, 그 중 분말야금은 고품위 부품을 제조하기 위해 사용되는 공정이고 특히 분말사출 성형 공정은 난가공성 복잡형상의 부품을 net-shape으로 제조가능한 기술이다. 분말사출성형 (Powder Injection

Molding, 이하 PIM) 기술은 분말야금 기술과 정밀한 플라스틱 부품의 대량생산 기술인 사출성형법이 접목된 신 분말야금 성형 공정으로서 최근 연구 개발이 가장 활발한 분말야금 기술의 중의 하나이다.<sup>1)</sup> PIM 공정은 미세한 금속 또는 세라믹분말과 유동을 위해 다성분 고분자 결합제를 혼합하여 혼합체 알갱이(pellet)을 만들고 사출 성형기를 이용하여 금형내로 충전 한 후, 결합제를 제거

\* 포항산업과학연구원 재료공정연구센터

\*\* 포항공과대학교 항공재료연구센터

하고 분말만을 최종 고온 소결하는 요소 공정으로 구성되어 있다.<sup>2)</sup> 주요 특징으로는 금속, 세라믹, 초경, 금속간 화합물 등 모든 분말재료에 의한 3차원 정밀부품을 정형(net shape)로 대량생산이 가능하므로 경제적인 효과도 매우 크다.<sup>3)</sup> 특히 금속분말 사출성형의 경우 고상소결만으로도 이론밀도의 95-100%를 달성 가능하므로 기존의 성형 및 소결법보다 기계적 특성이 크게 향상되어 난가 공재와 주조불가재를 주축으로 기계가공과 정밀주조 부품을 대체하여 가고 있다.

PIM공정은 높은 밀도에 의한 우수한 기계적 특성과 높은 생산성이 인정되면서 구조용 부품의 제조 공정으로 그 응용이 크게 확대되고 있다. 일례로 최근에는 미군 해군용 전투기인 Pratt & Whitney F 119과 Allison T-406 엔진에 각각 INCONEL 718<sup>4)</sup>과 17-4PH 스텐레스 강<sup>5)</sup>이 원가 절감(약 50%)과 부품의 재설계에 의한 무게 감소 효과로 사용 예정으로 있으며, 저주기 및 고주기 피로시험 평가를 마치고 엔진시험 중인 것으로 보고 된바 있다.<sup>6)</sup> 그러나 PIM 기술의 본격적인 연구개발은 1980년대 초반부터 시작되어 현재까지도 PIM과 관련된 대부분의 연구는 주로 요소공정과 관련된 원료분말의 특성, 결합제 개발, 사출성형 거동, 가장 장시간 소요되는 공정인 결합제 제거 공정의 시간 단축, 공정 변수에 따른 소결 특성 등이 주로 연구되었다.<sup>7)</sup> 향후 구조용 소재로의 응용을 확대하기 위해서는 PIM된 소결체의 기계적 특성에 대한 활발한 연구가 절실한 실정이다

PIM에서는 금속, 세라믹, 초경 등 다양한 재료들이 사용되고 있는데 이중 STS가 차지하는 비율은 전체 재료중에 50% 이상을 차지하고 있다. 이 중에 STS316L의 응용이 가장 많으나 점차 PIM부품이 형상위주의 부품에서 항공기, 자동차, 의료기구 등 기계적 특성이 요구되는 구조재로서의 부품으로 전환됨에 따라 고강도의 17-4PH STS이 점차 많이 사용되고 있다. 17-4PH STS은 마르텐사이트계 석출경화형 합금으로 고강도 합금중 가장 내부식성이 뛰어난 재료중의 하나이다.

본 연구에서는 분말사출성형체의 기계적 특성에 미치는 기공율의 영향 뿐만 아니라 기존 연구들의 한계를 극복하기 위해 분말사출성형된 17-4 PH STS의 기계적 특성에 미치는 순수 기공율의 영향에 관한 연구의 일환으로, 분말사출성형으로 직접 인장시험편의 형태로 17-4 PH STS를 성형하고, 소결조건에 따른 기공율의 변화와 기공의 형상 변화를 조사한 후 그에 따른 기초 기계적 물성의 변화를 규명하고자 하였다.

## 2. 실험 방법

### 2.1 분말특성

실험에 사용된 분말은 고압수 분무법(high pressure water atomization)으로 제조된 미쯔비시금속사의 17-4 PH STS (10 $\mu$ m grade)를 사용하였다. 입자의 형상은 주사전자현미경(scanning electron microscope; SEM)으로 관찰하였으며 그림 1과 같이 불규칙한 형상이었다. 입자의 크기 및 분포는 laser scattering (Cilas Alcatel 사, Granulometer 850) 법으로 측정하였으며, 입자의 크기는 입도 분석 결과 10 $\mu$ m 정도였다.

### 2.2 혼합체의 제조 및 사출성형

실험에 사용된 결합제는 자체적으로 개발된 열가소성 다성분계 고분자를 사용하였다. 사출성형용 혼합체의 분말 충전율은 60 vol%이었으며 double planetary 혼합기를 사용하여 150 $^{\circ}$ C에서 1시간 혼합하였다. 혼합체는 사출성형이 용이하도록 냉각 후 파쇄하여 금형 체결력(clamping force)이 47톤인 사출성형기(Technoplus사, S2M-4780A)에서 표점 거리가 40mm인 평판형 인장시험편(8W x 4T x 92.5L mm)으로 사출성형하였다. 사출성형 조건은 각각 노즐 온도 130 $^{\circ}$ C, 사출압력 300kg/cm<sup>2</sup> 및 금형 온도는 35 $^{\circ}$ C로 하였다.

### 2.3 결합제 제거

결합제 제거는 용매추출(solvent extraction) 후 열 분해하는 2 단계 공정을 사용하였다. 용매추출은 용매에 시험편을 담그는 방식(immersion method)으로 행하였으며 용매로는 지방족계 석유 용제를 사용하였다. 용매추출 조건은 사출성형체를 온도 및 시간에 따른 용매추출 거동을 조사하여 결합 없이 가장 단시간에 추출성분을 제거 할 수 있는 조건을 사용하였으며 최적 조건은 45 $^{\circ}$ C에서 7시간 추출하는 조건이었다. 이때 각 사출성형체 내의 용해되는 성분의 추출률은 95% 이상이었다. 용매추출 후 사출성형체는 수소 분위기에서 열 분해 공정을 행하였다. 각각의 분위기에서 열 분해 거동은 가열 속도는 1 $^{\circ}$ C/min에서 200 - 500 $^{\circ}$ C 범위에서 탈지 후 잔류 탄소와 산소를 분석하여 조사하였다. 탈지체(debinded specimen)의 잔류 탄소 및 산소는 각각 LECO사의 CS444와 TC 136로 분석하였다. 열 분해에 의한 결합제의 제거는 수평 관상로에서 알루미늄 기판에 올려놓고 상압에서 처리하였으며, 유량은 1L/min으로 하였다.

## 2.4 소결 및 기계적 특성 평가

소결은 순수한 수소 분위기(dew point  $-40^{\circ}\text{C}$ )에서 행하였다. 소결은 열분해 조건을 달리한 탈지체를 가열속도  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 으로  $900^{\circ}\text{C}$  -  $1350^{\circ}\text{C}$ 의 온도 범위에서 1시간 행하여 소결 거동을 조사하였으며, 소결체의 상대밀도, 미세구조 및 인장 특성을 평가 하였다. 소결체 밀도는 wax immersion법 (ASTM C914-79)을 이용하여 전체 기공률을 구하였으며, 입도의 측정은 영상분석기(Leica, Quantimet 570)를 사용하였다. 인장 시험은 Instron 8501(cross head speed  $5\text{mm}/\text{min}$ )을 사용하여 상온에서 행하였으며, 인장강도 및 연신율을 측정하였다. 아울러 파단면을 주사전자현미경으로 관찰함으로써 소결조건에 따른 하중지탱영역 특성을 규명하여 인장 강도의 변화를 설명하고자 하였다.

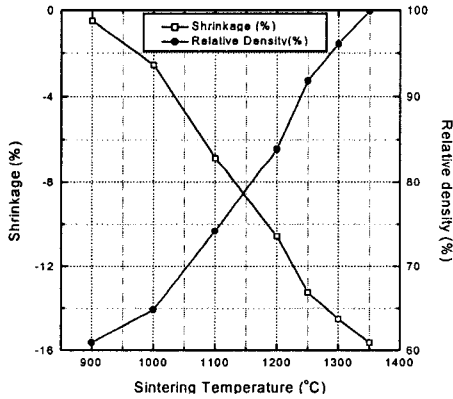


Fig. 1. Linear shrinkage and relative density of PIMed 17-4 PH STS as a function of sintering temperatures

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1 소결온도에 따른 기공율의 변화

그림 1에 소결온도에 따른 17-4 PH STS의 선수축율과 상대밀도의 관계를 나타내었다. 소결온도가  $900^{\circ}\text{C}$ 인 경우에는 상대밀도가 약 61% 였으나  $1350^{\circ}\text{C}$ 에서 한 시간 소결한 경우에는 이론 밀도에 거의 가까워 짐을 알 수 있다. 그림 2는 소결온도에 따른 소결체의 주사전자현미경 사진으로  $900^{\circ}\text{C}$  소결체의 경우에는 거의 소결이 일어나지 않았음을 알 수 있고 소결온도가 높아짐에 따라 기공의 형상이 전체적으로 길게 연결된 형태에서 구형으로 독립적으로 존재하게 되는 것을 알 수 있다.

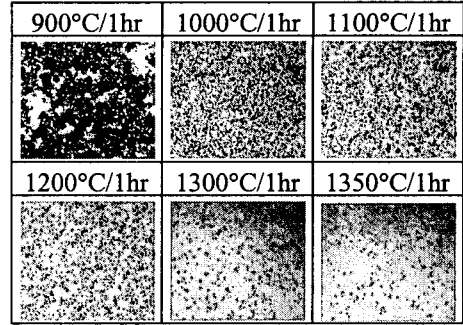


Fig. 2. Micrographs of PIMed 17-4 PH STS sintered at various temperatures

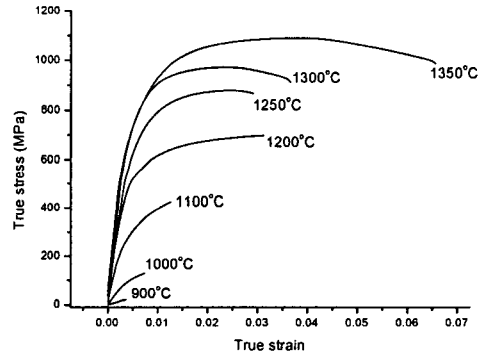


Fig. 3. Stress-strain curves of PIMed 17-4 PH STS at room temperature

### 3.2 인장시험 결과

그림 3은 소결온도를 달리하여 얻은 소결체의 상온에서의 인장시험 결과를 정리한 것이다. 그림 2에서 확인한 바와 같이  $900^{\circ}\text{C}$ 에서 소결한 경우에는 소결이 거의 진행되지 않았기 때문에 연신율과 강도가 거의 나타나지 않고 기공이 구형으로 독립된 분포를 가지기 시작하는  $1200^{\circ}\text{C}$ 에서부터 강도와 연신율의 현저한 증가를 관찰할 수 있다. 소결온도에 따른 인장강도의 변화를 기공율과 관련하여 그림 4에 나타내었는데 거의 직선적으로 증가하고 있는 것을 볼 수 있다. 이는 이전의 기공체에 대해 보고되고 있는 기공율과 인장강도와의 관계<sup>8, 9)</sup>와 전혀 다른 경향으로 본 연구에서 사용하고 있는 분말사출성형을 통해 얻어진 소결체 내의 기공의 형태와 분포가 전통적인 분말야금법으로 얻어진 재료와는 전혀 다르다는 것을 의미한다.

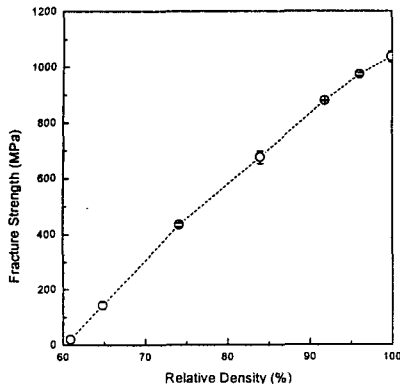


Fig. 4. Tensile strength of PIMed 17-4 PH STS as a function of relative density

### 3.3 파면관찰 결과

인장시험 후의 파단면을 주사전자현미경으로 관찰한 결과, 소결온도가 높아질수록 파면의 형태는 연성파괴를 대표하는 딴플(dimple)로 대표되고 있으며, 소결온도가 낮아질수록 기공율이 매우 높으며 이 경우에는 직경 1 $\mu$ m 정도로 미세한 분말이 상대적으로 직경이 큰 분말입자들 사이에서 정착제 역할을 하게되고 하중이 가해질 경우 주된 하중지탱영역으로 작용하게 됨을 알 수 있었다.

## 4. 결론

분말사출성형을 통해 17-4 PH STS 분말을 이용하여 판상의 인장시험편을 제조할 수 있었다. 소결온도를 900 $^{\circ}$ C에서 1350 $^{\circ}$ C까지 변화시킴으로써 상대밀도를 60%에서 99%까지 얻을 수 있었다. 소결온도가 높아질수록 기공의 형태는 구형으로 분포는 개별적인 양상을 띠는 것으로 나타났다. 분말사출성형한 17-4 PH STS에서는 상대밀도와 인장강도 사이에 직선적인 관계가 얻어졌는데 이는 일반적인 분말야금을 통해 얻어진 기공체에서는 보고된 바 없는 것으로 기공의 형태 및 분포의 변화에서 기인하는 것으로 판단된다. 상대밀도가 매우 낮은 경우에는 상대적으로 직경이 작은 분말입자가 소결후에 주된 하중지탱영역으로 작용함을 알 수 있었다.

## 후 기

이 연구는 민군겸용기술개발과제를 통한 연구비 지원에 의해 이루어 졌으며 이에 감사드립니다.

## 참 고 문 헌

- (1) Cornwall, R., 1998, "PIM Continues Its March to Maturity," *MPR*, 53(7/8), pp. 32-33.
- (2) German, R. M., and Bose, A., 1997, "Injection Molding of Metals and Ceramics," MPIF.
- (3) Bose, A., 1995, "The Technology and Commercial Status of Powder-Injection Molding," *JOM*, 47(8), pp.24-30.
- (4) Bose, A., Valencia, J.J., Spirko, J., and Schmees, R., 1997, "Powder Injection Molding of Inconel 718 Alloy," *Adv. in Powder Metall. and Particulate Mater.*, vol. 3, MPIF, pp.18.099- 18.112.
- (5) Valencia, J.J., McCabe, T.J., and Dong, H., 1995, "Microstructure and Mechanical Properties of Powder Injection Molded 17-4Ph Stainless Steel for Application in Aircraft Engine Components," *Adv. in Powder Metall. and Particulate Mater.*, vol. 2, MPIF, pp.6.205-6.214.
- (6) Schmees, R.M., and Valencia, J.J., 1998, "Mechanical Properties of Powder Injection Molded Inconel 718," *Int. Conf. on Powder Metall. And Particulate Mater.*, Las Vegas, in press.
- (7) German, R.M., 1993, "Technological Barriers and Opportunities in Powder Injection Molding," *Powder Metall. Int.*, 25(4), pp.165-169.
- (8) Haynes, R., *The Mechanical Behaviour of Sintered of Sintered Metals*, 1981, Freund Publ., London, UK.
- (9) Bocchini, G.F., "The Influences of Porosity on the Characteristics of Sintered Materials," 1986, *Int. J. Powder Metall.*, vol. 22(3), pp.185-202.