

〈논 문〉

공구강 분말 성형체의 고온 치밀화 성형공정

최학현* · 전윤철* · 김기태**

(1993년 1월 15일 접수)

High Temperature Densification Forming Process of Tool Steel Powder Compact

H. H. Choi, Y. C. Jeon, K. T. Kim

Key Words : Power-Law Creep(멱수법칙 크리프), Diffusional Flow(확산유동), Pressureless Sintering(상압소결), Sinter Forging(일축 압축소결), Hot Isostatic Pressing(열간 등가압소결)

Abstract

Densification characteristics and behavior of tool steel powder compact during high temperature forming processes were investigated under pressureless sintering, sinter forging and hot isostatic pressing. In pressureless sintering, full density was obtained at a closely controlled temperature near the solidus of the material. Finite element calculations from constitutive model for densification by power law creep and diffusional flow were compared with experimental data. Agreements between theoretical calculations and experimental data were good in hot isostatic pressing but not as good in sinter forging.

1. 서 론

공구강은 우수한 기계적 특성과 내마모성을 갖고 있으므로 마모용 부품뿐만 아니라 절삭공구와 금형 등 내마모성이 요구되는 부품의 제작에 널리 이용되고 있다. 통상적인 구조와 단조에 의하여 제조된 공구강은 응고중의 편석(segregation), 조대화된 비균일 미세구조 및 화학조성의 변화를 초래한다.⁽¹⁾ 미세구조의 불균일성은 공구강의 강도와 인성등의 이방성(anisotropy)을 야기시키며 응고중 생성된 카바이드(carbide)의 조대화는 강도, 인성, 연삭성(grindability) 및 공구수명의 저하를 가져온다. 따라서 공구강의 기계적 특성과 기능의 향상을 위해

서는 응고중 카바이드의 크기와 분포의 조절이 필요하다.⁽²⁾ 분말야금공정은 구조에 의한 공구강의 제조중 야기되는 이상과 같은 여러 문제점을 해결할 수 있을 뿐만 아니라 강도와 인성을 향상시킬 수 있으므로 관심이 증대되고 있으며 많은 연구가 진행중이다.^(2~4)

분말야금법에 의한 공구강의 제조 공정은 높은 강도와 경도에 기인한 공구강의 난가공성을 감안할 때 공구강 분말로부터 직접 정형에 가까운 부품을 성형함으로써 최종 가공공정을 최소화하는 것이 바람직하며⁽⁴⁾ 이를 위해서는 소결체의 치밀화 특성 및 고온 크리프 변형에 의한 치밀화 공정에 대한 연구가 중요하다.

공구강 분말 성형체의 진공소결시 치밀화는 고상선 이상의 소결온도에서 액상의 출현에 기인함은 여러 연구자들에 의하여 보고되었다.^(5,6) 액상 소결에 의한 소결성 향상방법은 액상의 존재에 의해

*포항공과대학교 대학원

**회원, 포항공과대학교 기계공학과

고체 입자의 재정렬이 쉬워지고, 액상을 통한 물질 확산이 빨라질 수 있으며, 고체 입자들의 최적충진이 가속화되는 등 많은 장점이 있다. 따라서 본 논문에서는 액상 소결에 의한 소결체의 고밀도화 및 균일하고 조밀한 미세구조를 얻기 위한 분말 성형체의 소결 거동에 대한 연구를 수행하였다.

고온에서 이루어지는 금속분말 성형체의 성형 공정은 분말 입자들의 크리프 변형에 의한 치밀화 공정이며 이러한 분말 성형체의 고온 크리프 변형은 확산 크리프와 맥수법칙 크리프의 서로 다른 두 가지 변형 기구에 의하여 이루어진다

확산 크리프에 의한 변형이 주된 치밀화 기구인 경우에 Helle 등⁽⁷⁾은 열간 등가압하의 금속 및 세라믹 분말의 치밀화 거동을 해석할 수 있는 구성이론을 제안하였으며 Du와 Cocks,⁽⁸⁾ Besson과 Abouaf⁽⁹⁾은 모든 상대밀도의 범위에서 적용할 수 있으며 일반 하중하에서 적용이 가능한 구성 이론을 제안하였다. 또한 Frost와 Ashby⁽¹⁰⁾는 Herring⁽¹¹⁾이 제안한 체적 확산의 구성이론과 Coble⁽¹²⁾이 제안한 입계 확산의 구성이론을 조합하여 고온 크리프 거동을 해석할 수 있는 구성이론을 제안하였다.

맥수법칙 크리프에 의한 변형이 주된 치밀화 기구인 경우 Kuhn과 McMeeking⁽¹³⁾은 금속분말 입자의 접촉 변형을 고려한 미소역학적인 모델로부터 근사화하여 상대밀도가 0.9 이하인 금속분말 성형체의 일반 하중하에서의 크리프 거동을 해석할 수 있는 구성이론을 제안하였다. 또한 Sofronis와 McMeeking⁽¹⁴⁾은 중공구 모델의 해석을 통하여 상대밀도가 0.9 이상인 분말 성형체의 크리프 거동을 해석할 수 있는 구성 이론을 제안하였다.

본 논문에서는 확산 크리프와 맥수법칙 크리프의 두 가지 치밀화 기구에 대하여 제안된 구성이론^(10,13,14)을 유한요소해석에 적용하여 공구강 분말의 일축 압축 소결과 열간 등가압 소결의 실험치와 비교 검토하였다.

2. 실험

실험에 사용된 분말은 가스분사법으로 제조된 구형의 D7 공구강 분말 (Anval Inc., Sweden)이며 이론밀도는 7.6 g/cm³이다. Table 1은 실험에 사용된 D7 공구강 분말의 화학적 조성을 나타낸다. Fig. 1은 D7 공구강 분말의 형상을 보여주며 거의 모든 분말 입자가 구형임을 알 수 있다.

2.1 시편 제조

상압소결과 일축 압축소결을 위한 다공질 공구강 시편은 다음과 같은 단계를 거쳐 제조하였다. 공구강 분말은 다른 금속분말에 비하여 경도와 항복 강도가 매우 높으므로 상온에서의 성형성이 좋지 않다. 따라서 성형을 용이하게 하기 위하여 폴리 비닐 부티랄(Poly Vinyl Butyral, 이하 PVB)를 바인더로 사용하여 공구강 분말과 혼합하였다. 이와 같이 준비된 공구강 분말 32 g을 초경 금형에 넣은 후 500 MPa의 압력으로 양단 압축하여 상압 소결을 위한 다공질 공구강 시편을 성형하였다. 성형된 공구강 분말 성형체는 수소 분위기의 소결로에서 1000°C의 온도로 30분 동안 소결하였다. 소결된 원주형 공구강 분말 성형체의 상대밀도는 0.69이다. 또한, 시편의 최종 치수는 지름이 20.3 mm이며 높이가 18.5 mm이다.

일축 압축소결을 위한 다공질 공구강 시편은 공구강 분말 1.93 g을 초경 금형에서 300 MPa의 압력으로 양단 압축하여 냉간 성형하였다. 성형된 시편은 일축 압축소결실험 중 표면의 미세한 균열로 인하여 초기에 파괴가 되는 것을 방지하고 바인더의 하소(calcination)를 위하여 수소분위기의 소결로에서 1000°C의 온도로 30분 동안 소결하였다. 최종 성형된 시편은 원주형의 형상으로 높리와 지름은 각각 9.49 mm와 7.03 mm이며 상대밀도는 0.67이다.

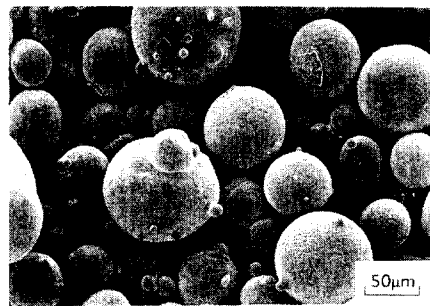


Fig. 1 Scanning electron micrograph of gas-atomized D7 tool steel powder

Table 1 Chemical composition of D7 tool steel powder

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mi	No	V	N
2.29	0.43	0.38	0.02	0.01	12.2	0.35	1.21	4.05	0.08

2.2 실험방법

2.2.1 상압소결실험

공구강 분말 성형체의 상압소결실험은 진공소결로에서 수행하였으며 실험 스케줄(U.S. Patent 4 063 940)은 1000°C까지는 10°C/min으로 승온하였고, 1000°C에서 탈산(deoxidation)을 위해 30분 동안 온도를 유지시킨 후 소결온도까지는 5°C/min으로 승온하였다. 분말에 함유되어 있는 잔류 산소는 고온 소결과정에서 탄소와 반응하여 일산화탄소 등의 가스를 생성시킨다. 탈탄 등에 의한 가스생성으로, 성형체 내부의 갇힌 가스는 부풀음(blistering) 현상을 일으키기 때문에 표면의 기공이 닫히기 전에 생성된 가스가 제거되어야 한다. 탈산과정을 위하여 승온시에 1000°C에서 30분 동안 온도를 일정하게 유지시켰다. 또한, 탈산과정중 분말 성형체 내부의 온도가 균일해지는 효과도 기대할 수 있다. 상압소결실험은 진공 분위기에서 일정한 유지시간 동안 1190°C에서 1270°C사이의 온도 범위에서 수행하였고, 1255°C와 1260°C에서 각각 실험 시간을 달리하여 수행하였다.

2.2.2 일축 압축소결실험

실험장치는 정밀하고 안정된 압력을 얻기위하여 정하중(dead weight) 방식으로 하중을 가할 수 있는 장치에 진공로와 고온 변위측정장치를 부착하여 사용하였다. 고온 변위측정장치는 변위를 측정할 수 있는 LVDT(linear variable displacement transducer)가 내장된 챔버와 시편과 접촉하고 있는 3개의 흑연단자와 이를 감싸고 있는 흑연튜브로 구성되어 있다. LVDT로 측정된 변위는 data acquisition system을 통하여 연속적으로 컴퓨터에 입력되었다. 공구강 분말 성형체는 고온 하중의 조건에서 흑연 재질의 압축 지그와 반응하므로 이를 피하기 위하여 고온에서 크리프 저항이 좋은 SiC 압반을 사용하였으며 SiC 압반과 시편사이의 마찰력을 줄이기 위하여 시편과 압반사이에 탄탈륨 박판($t=0.0127$ mm)을 삽입하였다.

일축 압축소결실험은 1000°C에서 19.4 MPa과 23 MPa 그리고 1100°C에서 9 MPa과 14.7 MPa로 수행하였다. 모든 실험은 대기압의 아르곤 분위기에서 실험하였다. 일축 압축소결실험중 실험의 시작점은 온도와 압력이 모두 실험조건에 도달한 때이며 유지시간은 시작점으로부터 온도와 압력을

일정하게 유지시킨 시간이다.

2.2.3 열간 등가압소결실험

실험에 사용된 열간 등가압 성형기(hot isostatic press; System 30T, Kobe Steel)는 온도 및 압력을 프로그래밍하여 자동으로 제어할 수 있다.

HIP용 시편제조를 위하여 사용된 용기는 스테인레스관(SUS 304)이며 용기는 분말을 채우기 전에 묽은 염산으로 세척하였다. 공구강 분말 91 g을 용기에 채워넣고 2 ton의 하중으로 가압하여 상대 밀도 0.65인 예비 성형체를 얻었다. 다져진 분말이 담겨져 있는 용기는 불순물을 제거하기 위하여 500°C에서 5시간 동안 탈가스작업을 거친 후 밀봉하여 용기내부를 진공상태로 유지시켰다. 최종적으로 얻어진 시편의 크기는 높이 43 mm, 지름 22.8 mm이다.

열간 등가압실험은 온도 1000°C와 1100°C에서 압력을 30 MPa과 50 MPa로 각각 달리하여 수행하였다. 실험스케줄은 Fig. 2와 같이 먼저 7.8 MPa까지 가압한 후 10°C/min으로 가열을 시작하였으며 압력은 온도의 증가에 따라 선형적으로 증가하였다. 열간 등가압실험중 실험의 시작점은 온도와 압력이 모두 실험조건에 도달한 때이며 유지시간은 시작점으로부터 온도와 압력을 일정하게 유지시킨 시간이다. 실험이 끝난 시편은 선반가공을 통하여 용기를 제거하고 원주형태로 가공한 후 비중법으로 밀도를 측정하였다.

2.3 미세구조 관찰

상압소결, 일축 압축소결 및 열간 등가압소결등의 성형공정에 따른 소결실험 후 소결체의 상대밀

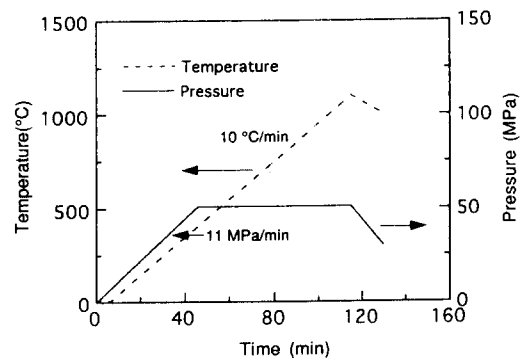


Fig. 2 Test conditions for temperature and load during hot isostatic pressing

도는 아르키메데스방법으로 측정하였다.

상대밀도 측정 후 소결체 내부의 미세조직을 관찰하기 위하여 시편의 단면을 연마한 다음 4% 나이트랄(nital)을 이용하여 에칭하였다. 에칭 후 절단면을 주사전자현미경과 광학현미경을 이용하여 관찰하였다.

결정립 크기 G 를 결정하기 위하여 연마한 단면에서 일직선이 입계와 만나는 평균 교점거리 G_x (mean intercept length)를 측정하여 다음의 관계식⁽¹⁵⁾을 이용하였다.

$$G = 1.56 G_x$$

결정립 크기의 측정시 하중이 가해진 축과 평행한 단면의 중심으로부터 결정립의 크기를 측정하였다.

3. 이론적 배경

3.1 역수법칙 크리프

역수법칙 크리프(power law creep) 거동을 따르는 일반 금속의 일축 크리프조건에서 응력-변형률 관계는 여러 형태의 수학적 모델로서 나타낼 수 있으나 특히 다음 식이 널리 사용된다.

$$\dot{\epsilon}_e = \dot{\epsilon}_o \left(\frac{\sigma_e}{\sigma_o} \right)^n \quad (1)$$

여기서, $\dot{\epsilon}_o$, σ_o 그리고 n 은 각각 재료상수이며 식 (1)은 비압축성을 고려하면 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \frac{3}{2} \dot{\epsilon}_o \left(\frac{\sigma_e}{\sigma_o} \right)^n \frac{\sigma'_{ij}}{\sigma_e} \quad (2)$$

여기서, σ'_{ij} 과 σ_e 는 각각 모재의 편차응력 성분과 등가응력을 나타낸다.

Kuhn과 McMeeking⁽¹³⁾은 상대밀도 0.9 이하의 분말 성형체의 크리프거동을 해석하기 위하여 상호 접촉된 분말입자의 크리프 변형을 모델링하여 다음과 같이 분말 성형체의 크리프 변형률속도를 구하였다.

$$\begin{aligned} \dot{E}_{ij} = & \dot{\epsilon}_o \frac{27\pi}{16\sqrt{3}} \left[\frac{D-D_o}{1-D_o} \right]^{1/2} \left\{ \frac{(1-D_o)}{3D^2(D-D_o)} \right\}^n \\ & \times \left[\left(\frac{|\Sigma_m|}{\sigma_o} \right)^{(n+1)/n} + \left(\frac{2\Sigma_e}{3\sigma_o} \right)^{(n+1)/n} \right]^{n-1} \\ & \times \left[\left(\frac{\Sigma_m}{\sigma_o} \right)^{1/n} (\text{sign } Z_m) \frac{1}{3} \delta_{ij} + \left(\frac{2\Sigma_e}{3\sigma_o} \right)^{1/n} \frac{\Sigma'_{ij}}{\Sigma_e} \right] \quad (3) \end{aligned}$$

여기서, D_o , Σ_m , Σ_e 및 Σ'_{ij} 는 각각 금속분말 성형체의 초기 상대밀도, 정수응력, 유효응력 및 편차응력 성분이다.

상대밀도 0.9 이상의 분말 성형체의 크리프거동은 위에서 언급한 바와 같이 미소역학적인 접근방법으로서 잔류기공의 증공구형 모델링에 의하여 적절히 표현될 수 있다. 이와 같은 증공구형 모델을 사용하여 Wilkinson과 Ashby⁽¹⁶⁾는 엄밀해를 구하였으나 등방압축 하중이 가해지는 경우에 국한된다.

Sofronis와 McMeeking⁽¹⁴⁾은 응력 공간에서 크리프 포텐셜이 일정한 곡면을 유한요소법에 의하여 근사화하여 등방압축 응력의 경우 Wilkinson과 Ashby⁽¹⁶⁾가 구한 크리프 포텐셜을 사용하고 순수 편차 응력의 경우에는 수치해석으로 구한 근사치를 조합하여 다공질 금속의 변형률속도 \dot{E}_{ij} 를 다음과 같이 구하였다.

$$\begin{aligned} \dot{E}_{ij} = & \dot{\epsilon}_o \left(\frac{\Phi}{\sigma_t} \right)^{n-1} \times \left[\left(\frac{2-D}{D} \right) \frac{3\Sigma'_{ij}}{2\sigma_o} + \left(\frac{3}{2n} \right)^2 \right. \\ & \left. \times \left(\frac{(1-D)n}{(1-(1-D)^{1/n})^n} \right)^{2/(n+1)} \frac{\Sigma_m}{\sigma_o} \frac{1}{3} \delta_{ij} \right] \quad (4) \end{aligned}$$

여기서, Φ 는 크리프 포텐셜⁽¹⁴⁾을 나타낸다.

3.2 확산유동

고온에서 일정한 하중 혹은 응력이 가해질 때 입계가 존재하는 다결정체 내부의 결정립 표면에서 응력상태는 원자들의 화학적 포텐셜을 변화시킨다. 정수응력상태는 모든 곳에서 같은 양의 화학적 포텐셜을 변화시켜 포텐셜의 구배가 없으나 편차응력 성분을 포함하는 응력상태는 결정립 표면에서 화학적 포텐셜의 구배를 야기시킨다. 고온에서 이러한 포텐셜의 구배로 인하여 결정립의 표면을 통한 물질의 확산유동이 일어나며 결정립들의 상대적인 움직임으로 인한 입계의 미끄럼과 결합하여 변형이 발생한다.

결정립 크기가 분말 입자의 크기보다 충분히 작은 경우 확산유동에 의한 변형이 치밀화 기구로서 작용하며, 체적확산과 입계확산을 고려하면 정상상태의 변형률속도는 다음과 같이 나타낼 수 있다.⁽¹⁰⁾

$$\dot{\epsilon} = \frac{14\sigma\Omega}{kTG^2} \left[D_v + \frac{\pi\delta D_b}{G} \right] \quad (5)$$

여기서, Ω , k , T 및 \bar{G} 는 각각 원자체적, 볼츠

만 상수, 절대온도 및 평균 결정립 크기를 나타낸다. 또한, δ , D_v 및 D_b 는 입계의 두께, 체적확산 계수 및 입계확산계수를 나타낸다.

결정립 크기가 분말 입자의 크기보다 작은 경우 ($\bar{G} \ll 2R$), 확산유동에 의한 변형은 점축 영역을 변형시키는 방법으로 멱수법칙 크리프에 더해진다. 이 경우 멱수법칙 크리프거동을 따르는 일축 크리프 조건에서의 응력-변형률 관계식이 적용되며, 재료상수 n 의 값은 1이다. 또한 $\dot{\epsilon}_o/\sigma_o$ 는 식 (1)과 식 (5)에 의하여 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$\frac{\dot{\epsilon}_o}{\sigma_o} = \frac{14\Omega}{kTG^2} \left(D_v + \frac{\pi\delta D_b}{G} \right) \quad (6)$$

여기서, $\dot{\epsilon}_o$ 과 σ_o 는 각각 기준 변형률속도 (reference strain rate)와 기준 응력 (reference stress)를 나타낸다.

상대밀도 0.9 이하의 초기 치밀화 단계에서 확산유동에 의한 크리프 변형률속도는 식 (6)과 멱수법칙 크리프 변형률속도식 (3)에 의하여 다음과 같이 표현된다.

$$\dot{E}_{ij} = \frac{14\Omega}{kTG^2} \left(D_v + \frac{\pi\delta D_b}{G} \right) \frac{27\pi}{16\sqrt{3}} \left(\frac{D-D_o}{1-D_o} \right)^{\frac{1}{2}} \left[\frac{1-D}{3D^2(D-D_o)} \right] \times \left\{ (|\Sigma_m|) (\text{sign}\Sigma_m) \frac{1}{3}\delta_{ij} + \frac{2}{3}\Sigma_{ij} \right\} \quad (7)$$

또한, 상대밀도 0.9 이상의 말기 치밀화 단계에서 확산유동에 의한 크리프 변형률속도는 식 (6)과 멱수법칙 크리프 변형률속도식 (4)에 의하여 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$\dot{E}_{ij} = \frac{14\Omega}{kTG^2} \left(D_v + \frac{\pi\delta D_b}{G} \right) \left[\left(\frac{2-D}{D} \right) \frac{3}{2}\Sigma_{ij} + \left(\frac{3}{2} \right)^2 \left(\frac{1-D}{D} \right) \Sigma_m \frac{1}{3}\delta_{ij} \right] \quad (8)$$

4. 실험결과 및 고찰

공구강 분말 성형체의 상압소결에 의한 치밀화 특성을 연구하기 위해 온도 및 소결시간 등의 소결 조건이 소결체의 치밀화 및 미세구조에 미치는 영향을 조사하였다.

일축 압축소결과 열간 등가압소결 등의 고온 압축 크리프거동을 해석하기 위하여 식 (3), (4), (7) 및 (8)의 구성방정식을 ABAQUS⁽¹⁷⁾의 사용자 정의 서브루틴인 CREEP에 적용하였다.

멱수법칙 크리프와 확산유동의 구성방정식에 포함된 재료상수들은 SUS 304⁽¹⁰⁾의 값들을 사용하였고 Table 2에 나타내었다.

치밀화의 초기단계와 말기단계의 전환점인 상대밀도 0.9에서 변형률속도의 연속성을 위하여 초기 단계와 말기 단계 사이의 천이구간을 고려하였으며 천이구간에서 포텐셜 Ω 는 다음과 같이 나타낼 수 있다.⁽¹⁸⁾

$$\Omega = \frac{(D_2-D)}{(D_2-D_1)} \Omega_1 + \frac{(D-D_1)}{(D_2-D_1)} \Omega_2 \quad (9)$$

여기서, Ω_1 과 Ω_2 는 각각 초기 단계와 말기 단계에서의 크리프 포텐셜이며 D_1 과 D_2 는 각각 천이 구간이 시작되는 상대밀도와 천이구간이 끝나는 상대밀도를 나타낸다. 본 논문에서는 $D_1=0.8$ 과 $D_2=0.9$ 를 사용하였다.

Table 2 Material properties for 304 stainless steel

Material property	Unit	Value
General property		
Atomic volume	m ³	1.21E-29
Melting temperature	K	1810
Mechanical property		
Young's modulus at R.T.	GPa	124.8
Yield stress at R.T.	MPa	200
Power-law creep exponent		7.5
Dorn constant		1.5E12
Diffusion property		
Pre-exp. volume diffusion	m ² /s	3.7E-5
Activation energy, volume Diff.	KJ/Mol	280
Pre-exp. boundary diffusion	m ³ /s	2.0E-13
Activation energy, boundary diffusion	KJ/Mol	167
Thermal property		
Thermal expansion coefficient	/K	18.2E-6
Thermal conductivity	J/m·s·K	13.8
Specific heat	J/kg·K	1213

4.1 상압 소결실험

Fig. 3는 초기 상대밀도 0.69인 다공질 공구강 시편을 1190°C에서 1270°C 범위의 소결온도에서 30 분 동안 소결한 경우의 소결온도에 따른 상대 밀도 변화의 실험치를 나타낸다. 1250°C부터 소결밀도가 급격히 증가하기 시작하여 1260°C에서 상대밀도 98% 이상의 치밀화가 이루어졌다. 이와 같은 좁은 온도 범위에서의 급격한 밀도의 증가는 액상의 생성에 의해 소결이 진행되었기 때문이다.^(5,6,19) 열분석장치인 DSC(differential scanning calorimetry)는 온도에 따른 잠열(latent heat)의 변화를 측정하는 장치로서 상변화(change of phase)가 일어날 경우 잠열이 급격하게 증가하거나 감소하는 점을 이용하여 상변화를 예측한다. Fig. 4는 공구강 분말을 아르곤 분위기에서 가열하여 DSC를 이용하여 얻은 온도와 잠열과의 관계를 나타낸다. 즉, 상압 소결 실험결과에서 예측한 1250°C~1260°C 구간

(1259.1°C)에서 액상의 출현은 흡열반응을 일으키며, 이로 인해 잠열의 급격한 감소를 가져옴으로써 액상이 일부 나타났음을 알 수 있다.

Fig. 5(a)와 Fig. 5(b)는 1255°C와 1260°C의 소결 온도에서 시간에 따른 밀도 및 결정립 크기의 변화를 나타낸다. 1255°C와 1260°C에서 소결시간이 1시간이 지난 후에 상대밀도는 97~8% 이상의 고밀도에 도달한다. 그러나 결정립 크기는 1255°C의 경우 20 μm이고 1260°C의 경우 27 μm이며 소결시간의 경과에 따라 1260°C의 경우 결정립 크기가 조대한 성장을 나타낸다.

적정 소결온도의 결정은 소결밀도, 결정립 크기 등에 의하여 결정되어지는데, 적정 소결온도는 고상선 이상의 온도에서 상대 밀도 97~8% 이상이면서 내부 조직의 성장이 비교적 작은 아주 좁은 온도 구간이어야 한다. 따라서, 적정 소결온도는

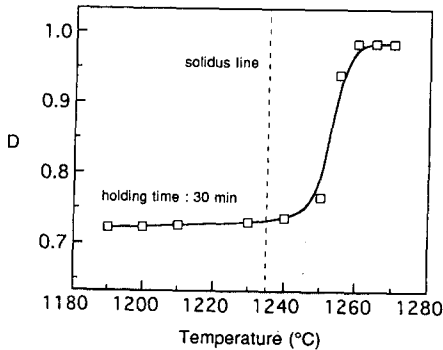


Fig. 3 Variation of density with sintering temperature for sintering time of 30min

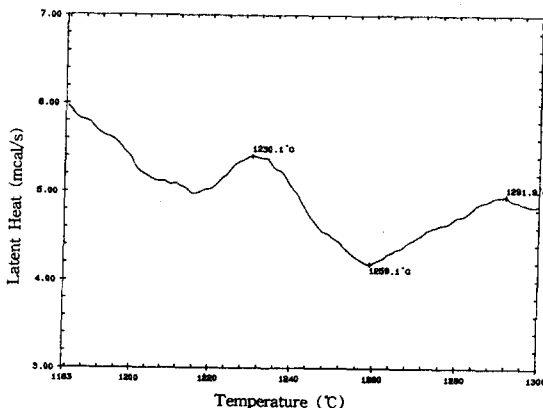


Fig. 4 Variation of latent heat with temperature

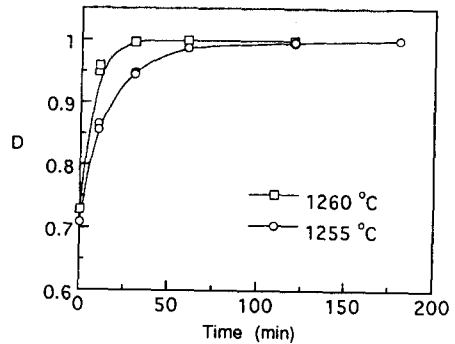


Fig. 5(a) Experimental data for relative density vs. time relations of tool steel powder compact during pressureless sintering

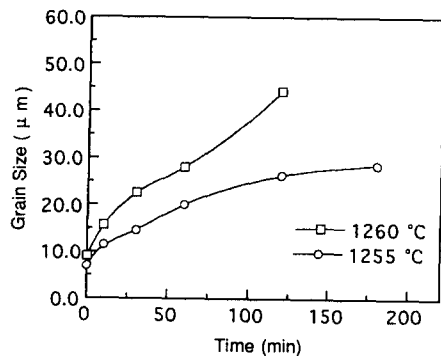


Fig. 5(b) Experimental data for grain size vs. time relations of tool steel powder compact during pressureless sintering at 1255°C and 1260°C

1250°C ~ 1260°C 라고 볼 수 있다.

4.2 일축 압축소결실험

Fig. 6는 일축 압축소결의 유한요소해석에 사용된 유한요소 격자와 경계조건을 나타낸다. x축과 y축에 대한 대칭조건으로 전체 단면의 1/4에 대해서만 해석하였으며, 100개의 8절점 축대칭요소(8-node biquadratic, reduced integration element, CAX8R)를 사용하였다.

Fig. 7은 1000°C에서 각각 19.4 MPa과 23 MPa의 압력으로 일축 압축소결한 공구강 시편의 시간에 따른 상대밀도 변화의 실험치와 구성방정식에

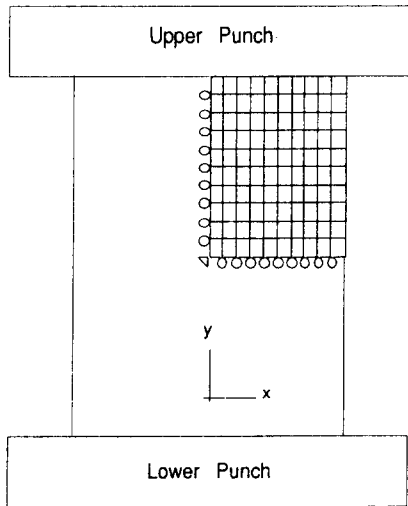


Fig. 6 Finite element mesh and boundary condition for sinter forging of tool steel powder compact

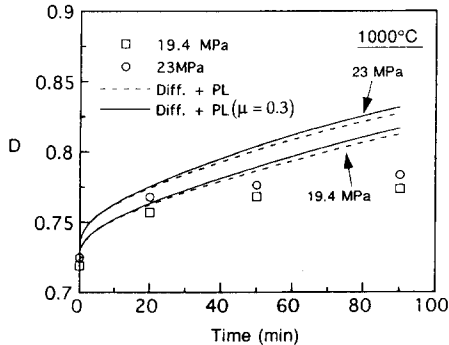
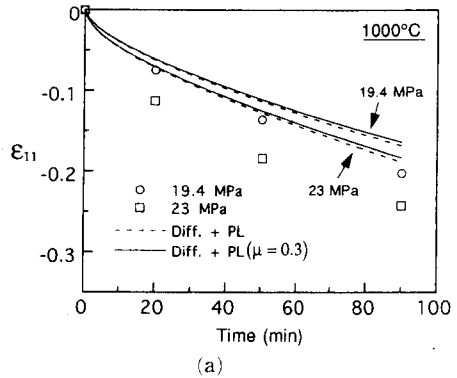


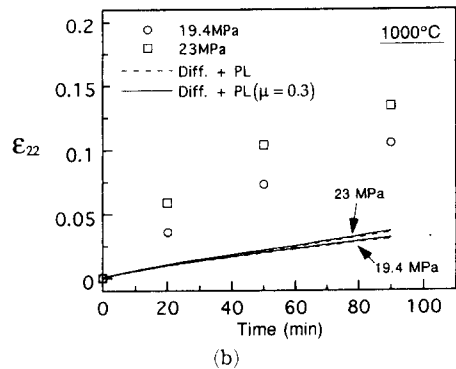
Fig. 7 Comparisons between experimental data and calculated results for relative density vs. time relations of tool steel powder compact during sinter forging at 1000°C

의한 계산치를 나타낸다. 여기서, 실험치(□)는 초기 압축응력 19.4 MPa, 평균 결정립 크기 5.83 μm 및 초기 상대밀도 $D_i=0.729$ 일 때이며 실험치(○)는 초기 압축응력 23 MPa, 평균 결정립 크기 6.42 μm 및 초기 상대밀도 $D_i=0.735$ 일 때이다. 여기서, 실선은 시편과 압반사이의 마찰효과를 고려한 계산결과이며 마찰계수 $\mu=0.3^{(20)}$ 을 사용하였다. 또한 점선은 시편과 압반 사이의 마찰을 고려하지 않은 계산결과이다. 구성방정식에 의한 계산치는 전반적으로 실험치를 높게 예측하고 있음을 알 수 있다. 이러한 사실은 Fig. 8(a)와 (b)의 시간에 따른 축방향 변형률과 반경방향 변형률의 관계에서 확인할 수 있다.

상대밀도 0.9 이하의 경우 제안된 구성방정식(3)과 식(7)은 금속분말의 압축성형시 가해진 하중 상태는 편차응력 성분에 비해 정수응력 성분이 크다는 것을 고려하여 크리프 포텐셜의 근사치를 구



(a)



(b)

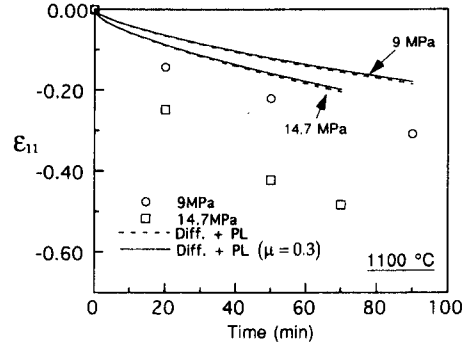
Fig. 8 Comparisons between experimental data and calculated results for (a) axial strain and (b) radial strain vs. time relations of tool steel powder compact during sinter forging at 1000°C

할때 주로 가해진 하중의 정수응력 성분에 잘 일치하는 근사치를 구하였다.⁽¹³⁾ 따라서 구성방정식은 금속분말의 고온 크리프변형시 금형압축이나 열간 등가압소결과 같이 정수응력 성분이 높은 상태의 크리프변형에 비하여 일축 압축소결과 같이 정수응력 성분에 비하여 편차응력 성분이 큰 하중상태를 예측하는데는 다소 문제점이 있음을 알 수 있다.

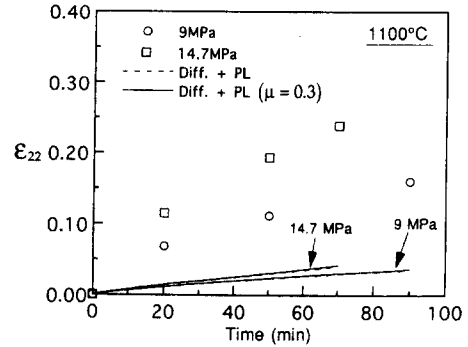
Fig. 9은 1100°C의 온도에서 각각 9 MPa과 14.7 MPa의 압력으로 일축 압축소결한 공구강 시편의 시간에 따른 상대밀도 변화의 실험치와 구성방정식에 의한 계산치를 나타낸다. 여기서, 실험치(□)는 초기 압축응력 9 MPa, 평균 결정립 크기 6.55 μm 및 초기 상대밀도 $D_i=0.721$ 일 때이며 실험치(○)는 초기 압축응력 14.7 MPa, 평균 결정립 크기 7.47 μm 및 초기 상대밀도 $D_i=0.734$ 일 때이다. 유한요소해석에 의한 계산치는 실험치보다 다소 높게 예측하고 있음을 알 수 있다. 이러한 사실은 Fig. 10(a)와 (b)의 시간에 따른 축방향 변형률과 반경방향 변형률의 관계에서 확인할 수 있다. 실선은 시편과 압반사이의 마찰효과를 고려한 계산결과이며 점선은 시편과 압반 사이의 마찰을 고려하지 않은 계산 결과이다. 마찰효과를 고려할 경우 상대밀도는 다소 높아지며 축방향 변형률은 마찰이 없을 경우와 비교하여 다소 작아짐을 알 수 있다.

Fig. 11(a)와 (b)는 각각 1100°C의 온도에서 9 MPa의 압력으로 일축 압축소결한 공구강 시편의 10분과 90분 경과 후 성형체 내부의 상대밀도 분포와 변형된 형상을 보여주는 유한요소해석의 결과이다. 압반과 성형체 사이의 마찰의 영향으로 배블링

(barreling)현상이 보이며 배블링현상으로 성형체의 바깥 표면의 상대밀도가 성형체 내부의 상대밀도에 비하여 낮아짐을 알 수 있다.



(a)



(b)

Fig. 10 Comparisons between experimental data and calculated results for (a) axial strain and (b) radial strain vs. time relations of tool steel powder compact during sinter forging at 1100°C

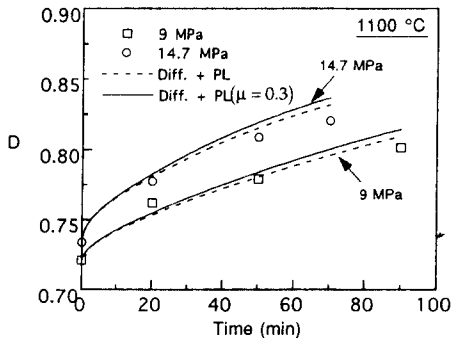
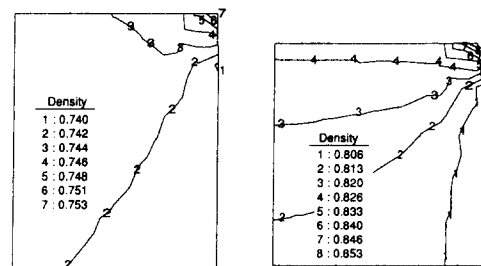


Fig. 9 Comparisons between experimental data and calculated results for relative density vs. time relations of tool steel powder compact during sinter forging at 1100°C



(a)

(b)

Fig. 11 Relative density contour plots of tool steel powder compacts subjected to axial stress of 9 MPa after (a) 10 min and (b) 90 min under sinter forging at 1100°C

4.3 열간 등가압 소결실험

Fig. 12는 스텐레스 스틸용기로 밀봉된 공구강 분말 성형체의 열간 등가압소결의 유한요소해석에 사용된 유한요소 격자와 경계조건을 나타낸다. x 축과 y 축에 대한 대칭조건으로 전체단면의 1/4에 대해서만 해석하였으며, 102개의 4절점 축대칭 변위-온도요소(4-node bilinear displacement and temperature element, CAX4T)를 사용하였다.

Fig. 13(a)는 1000°C의 온도에서 각각 30 MPa과 50 MPa의 압력으로 열간 등가압소결한 공구강 시편의 시간에 따른 상대밀도 변화의 실험치와 계산치를 나타낸다. 여기서 실험치(□)는 정수응력 30 MPa, 평균 결정립 크기 4.98 μm 일 때 이며 실험치(○)는 정수응력 50 MPa, 평균 결정립 크기 4.94 μm 일 때이다. 구성방정식에 의한 계산치는 치밀화가 본격적으로 이루어지는 온도인 600°C부터 유한요소해석을 통해 얻어졌으며, 계산에 사용된 초기밀도는 예비성형체의 상대밀도인 0.65를 사용

하였다. 계산치들은 실험치들을 잘 예측하고 있음을 알 수 있다.

Fig. 13(b)는 1100°C의 온도에서 각각 30 MPa과 50 MPa의 압력으로 열간 등가압소결한 공구강 시편의 시간에 따른 상대밀도 변화의 실험치와 계산치를 나타낸다. 여기서, 실험치(□)는 정수응력 30 MPa, 평균 결정립 크기 5.48 μm 일 때이며 실험치(○)는 정수응력 50 MPa, 평균 결정립 크기 5.62 μm 일 때이다. 구성방정식에 의한 계산치는 600°C부터 유한요소해석을 통해 얻어졌으며, 실험치들을 잘 예측하고 있음을 알 수 있다.

Fig. 14(a), (b) 및 (c)는 각각 열간 등가압소결에 사용된 스텐레스 스틸용기 내부의 공구강 분말 성형체의 초기 형상과 1000°C에서 30 MPa의 압력으로 열간 등가압소결시 유지시간 0분과 240분 경과 후 용기를 포함한 공구강 성형체의 단면을 나타

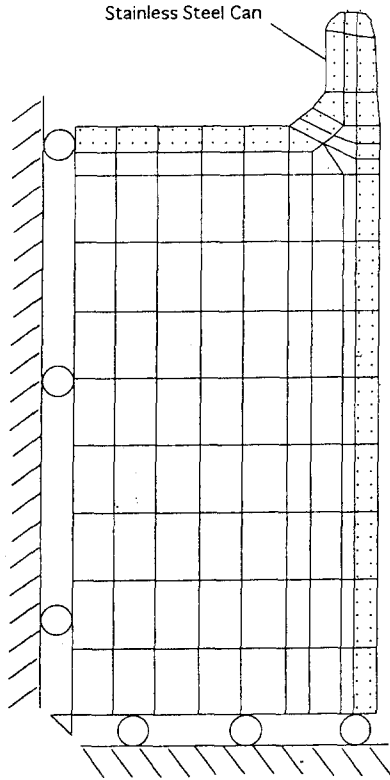
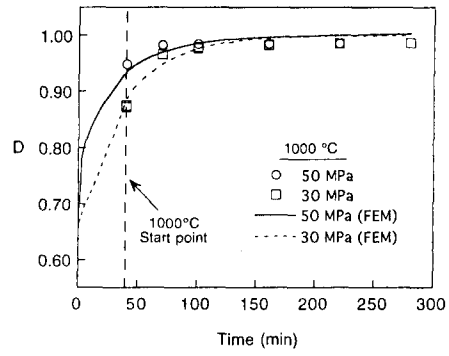
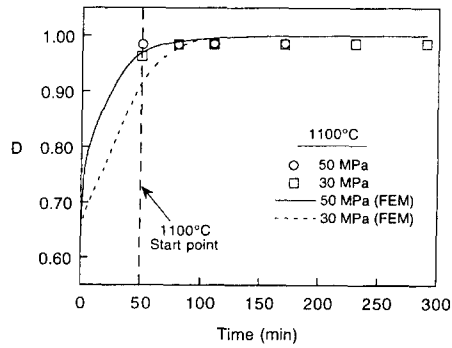


Fig. 12 Finite element mesh and boundary condition for hot isostatic pressing of tool steel powder compact



(a)



(b)

Fig. 13 Comparisons between experimental data and calculated results for relative density vs. time relations of tool steel powder compact during hot isostatic pressing at (a) 1000°C and (b) 1100°C

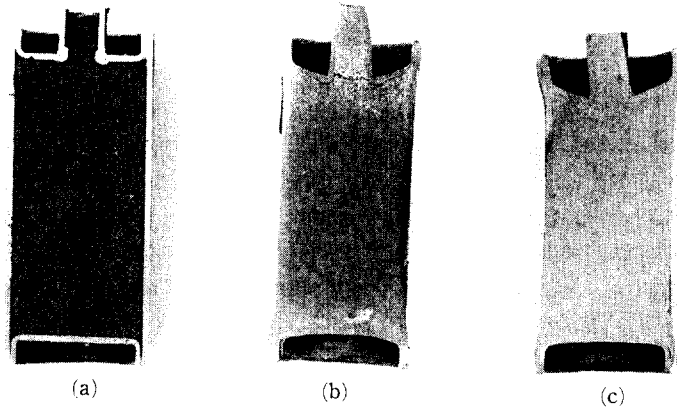


Fig. 14 Cross sections of tool steel powder compacts with stainless steel container during hot isostatic pressing at 1000°C, 30MPa (a) initial shape and after (b) 0 and (c) 240 min

한지 0분 후의 시편 단면으로 Fig. 14(a)와 비교해 볼 때 실험조건에 도달하기 전에 변형이 일어난다는 것을 보여준다. 따라서, 본 실험에 대한 유한요소 해석은 600°C부터 변형 및 치밀화가 일어난다는

낸다. Fig. 14(a)의 초기형상에 비해 Fig. 14 (b), (c)의 0분과 240분의 열간 등가압 소결 후 용기와 용기내부의 공구강 성형체의 형상변화가 다소 불균일함을 알 수 있다. Fig. 14(b)는 실험조건에 도달

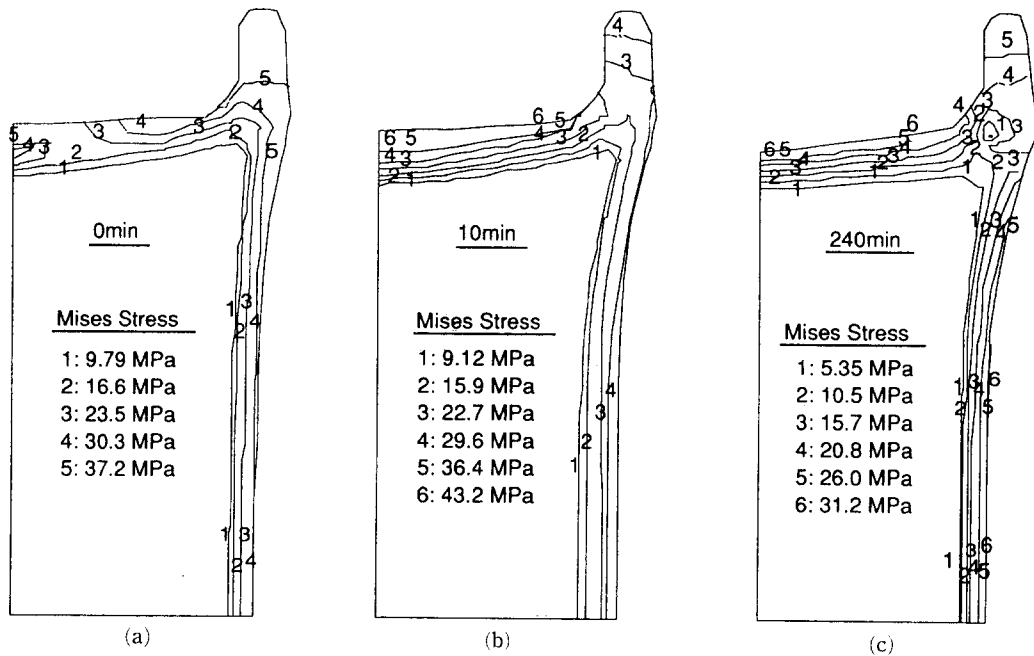


Fig. 15 Finite element calculations for the effective stress contour plots of tool steel powder compacts with a container under hydrostatic pressure of 30 MPa after (a) 0 min, (b) 10 min, and (c) 240 min during hot isostatic pressing at 1000°C

가정하에서 수행되었으며, 이 때 사용된 열전도계 수 및 열확산계수는 Table 2에 나타난 SUS 304⁽¹⁰⁾의 값이다.

Fig. 15(a), (b) 및 (c)는 각각 실험조건인 1000°C, 30 MPa에 도달한 지 0분, 10분 및 240분 후 스텐레스 스틸용기로 밀봉된 공구강 분말 성형체 내부의 유효응력 분포의 유한요소해석 결과를 나타낸다. 유지시간이 경과함에 따라 용기 내부의 공구강 분말 성형체에 작용하는 유효응력은 작용응력에 비해 매우 작고 균일함을 보여준다.

Fig. 16(a)와 (b)는 각각 1000°C의 온도에서 30 MPa로 열간 등가압소결한 공구강 시편의 유지 시간 10분 및 240분 경과 후 성형체 내부의 정수응력 분포를 보여주는 유한요소해석 결과이다. Fig. 16(b)에서 알 수 있듯이 치밀화 말기에 성형체 내부에서는 대부분 균일한 정수응력 분포를 보이지만, 용기와 용기 내부의 성형체와 접촉하는 모서리에서 가장 불균일한 정수응력 분포를 보이는데, 이는 편차응력 성분을 유발하여 이 부분에서의 불균일한 형상변화가 일어남을 예측할 수 있다.^(21, 22)

Fig. 17은 실험조건인 1000°C, 30 MPa에 도달한 직후 공구강 분말 성형체 내부의 온도분포를 나타내며, 온도 구배가 거의 없음을 보여준다.

Fig. 18(a)와 (b)는 각각 1000°C에서 30 MPa로

열간 등가압소결시 유지시간 10분 경과 후 공구강 분말 성형체 내부의 상대밀도 분포에 대한 실험 결과와 유한요소해석이며, Fig. 19(a)와 (b)는 유지 시간 240분 경과 후 공구강 분말 성형체 내부의 상대밀도 분포에 대한 실험결과와 유한요소해석이다. 상대밀도의 분포와 용기 내부의 형상이 용기의 영향으로 불균일함을 알 수 있으며, 용기와 공구강 분말 성형체의 접촉면 모서리부분이 상대밀도가 가장 낮음을 알 수 있다. 여기서, 계산치들은 실험치들을 비교적 잘 예측하고 있음을 알 수 있다.

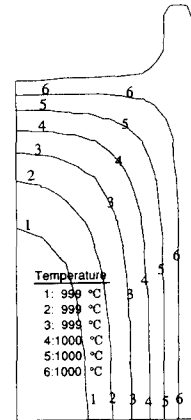


Fig. 17 Finite element calculation for a temperature contour plot of a tool steel powder compact with a container under hydrostatic pressure of 30 MPa after 0 min during hot isostatic pressing at 1000°C

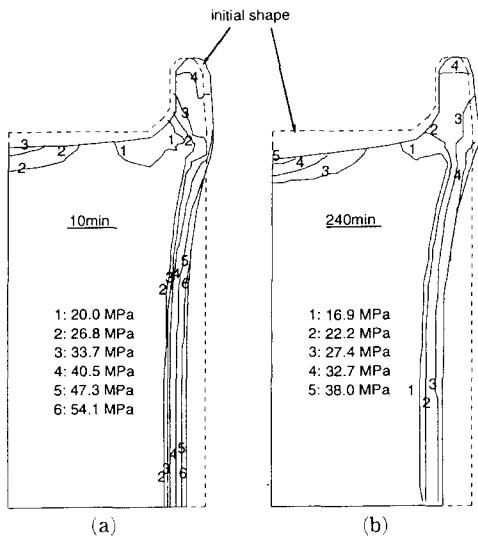


Fig. 16 Finite element calculations for hydrostatic pressure contour plots of tool steel powder compacts with container under hydrostatic pressure of 30 MPa after (a) 10 min and (b) 240 min during hot isostatic pressing at 1000°C

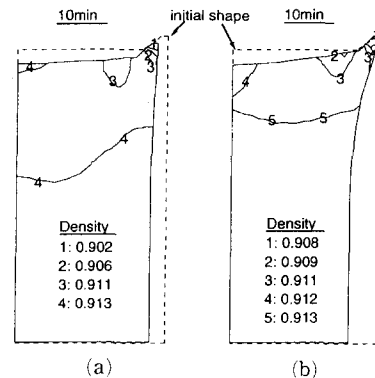


Fig. 18 Comparison between (a) an experimental result and (b) a finite element calculation for a relative density contour plot of a tool steel powder compact in a container under hydrostatic pressure of 30 MPa after 10 min during hot isostatic pressing at 1000°C

Fig. 20은 1000°C에서 30 MPa로 열간 등가압 소결시 유지시간 경과 240분 후 스틸용기로 밀봉된 공구강 성형체의 변형된 형상을 보여주는 실험치(점선)와 유한요소해석의 결과(실선)의 비교이다. 모서리부분을 제외한 다른 부분에서는 계산치는 실험치를 비교적 잘 예측하고 있음을 알 수 있다.

Ashby와 그의 공동 연구자들(7, 23, 24)은 등가압 하중하에서 금속 및 세라믹 분말의 변형거동을 예측할 수 있는 구성 모델을 제안하고 제안된 구성방정식을 이용하여 성형압력, 시간 및 온도 등 여러 공

정변수들의 최적조건을 찾을 수 있도록 열간 등가압도(HIP map)를 구성하였다.

열간 등가압도를 작성할 때 온도와 하중의 각각의 조건에서 초기 상대밀도 D_i 는 초기 단계와 말기 단계에서 각각 다음의 소성 항복식에 의해 결정된다.⁽⁷⁾

$$D_{yield} = \left(\frac{(1-D_0)P}{1.3\sigma_y} + D_0^3 \right)^{\frac{1}{3}} \quad \text{when } D < 0.9$$

$$D_{yield} = 1 - \exp\left(-\frac{3}{2} \frac{P}{\sigma_y}\right) \quad \text{when } D > 0.9$$

(10)

공구강 분말 성형체의 열간 등가압도는 소성 항복식 (10)에 의한 초기 상대밀도와 맥수법칙 크리프에 의한 변형률속도식 (3)과 (4) 및 확산유동에 의한 변형률속도식 (7)과 (8)로부터 각각 치밀화속도를 계산하여 작성할 수 있다.

Fig. 21(a)는 1000°C의 온도에서 분말 성형체에

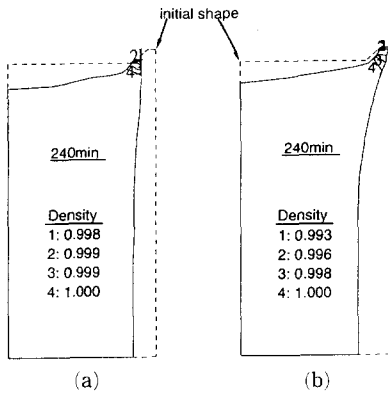


Fig. 19 Comparison between (a) an experimental result and (b) a finite element calculation for a relative density contour plot of a tool steel powder compact in a container under hydrostatic pressure of 30 MPa after 240 min during hot isostatic pressing at 1000°C

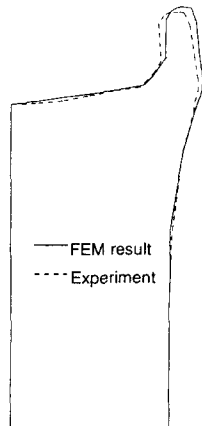


Fig. 20 Comparison between an experimental result and a finite element calculation for a tool steel powder compact with a container after 240min during hot isostatic pressing at 1000°C

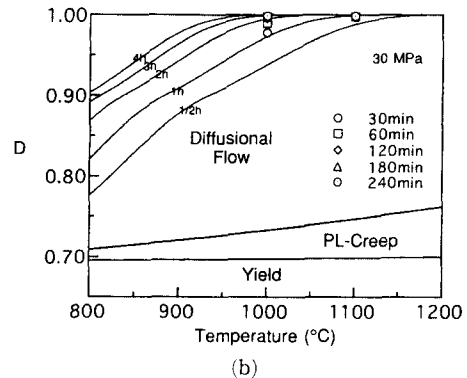
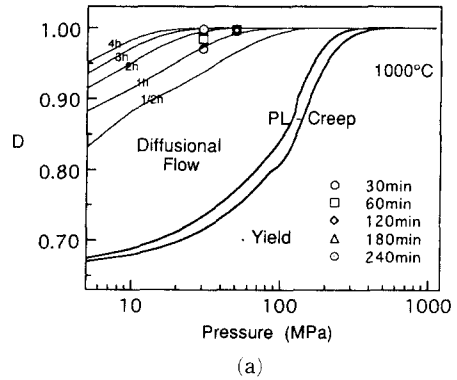


Fig. 21 (a) Variation of relative density with pressure at 1000°C and (b) the variation of relative density with temperature under 30 MPa for HIP maps of tool steel powder compacts

가해지는 하중에 따른 상대밀도변화를 나타내는 열간 등가압도를 나타낸다. 1000°C와 1100°C의 열간 등가압 소결시 낮은 하중의 범위에서 치밀화는 주로 확산유동에 의하여 일어남을 알 수 있다.

Fig. 21(b)는 30 MPa의 일정한 하중이 가해졌을 경우 온도에 따른 상대밀도의 변화를 나타내는 열간 등가압도를 나타낸다. 소성 항복식 (10)에 의한 초기 상대밀도와 실험으로부터 얻은 초기 상대밀도의 차이로 인해 계산치는 실험치를 다소 낮게 예측하고 있음을 알 수 있다.

5. 결 론

본 논문에서는 공구강 분말로부터 직접 정형에 가까운 부품의 성형공정 개발을 위한 기초 연구로서 소결체의 치밀화 특성 및 고온 크리프변형에 의한 치밀화 공정에 대한 연구를 수행하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 상압소결에 의한 온도 및 시간에 따른 공구강 분말 성형체의 소결특성을 조사한 결과, 적정 소결온도범위는 1250°C에서 1260°C 사이의 온도이며 이 온도범위에서 소결체의 고밀화는 액상 소결에 의해 이루어진다.

(2) 구성 모델은 열간 등가압소결과 같이 정수응력 성분이 큰 하중상태에서 실험치를 잘 예측하였다. 또한 열간 등가압도를 구성하여 공구강 분말 성형체의 열간 등가압소결시 확산유동이 주된 치밀화 기구로서 작용함을 알 수 있었다.

(3) 구성 모델은 상대밀도 0.9 이하의 초기 치밀화 단계에서 상호 접촉된 분말 입자의 크리프 변형을 모델링할 때 전단변형을 고려하지 않음으로 인하여 일축 압축소결과 같이 편차응력 성분이 큰 하중 상태의 치밀화 거동을 예측하는데는 다소 문제점이 있음을 알 수 있다.

후 기

본 논문은 한국과학재단 부산대 정밀정형 및 금형가공 연구센터에서 지원된 연구비로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

참고문헌

(1) Stevenson, R. M., 1984, *Metal Handbook*, 9th

edn., Vol. 7, Metals Park, OH, ASM.

- (2) Kumar, K. S., Lawley, A. and Koczak, M. J., 1991, "Powder Metallurgy T15 Tool Steel: Part I. Characterization and Powder and Hot Isostatically Pressed Material," *Metall. Trans. A*, Vol. 22A, No. 11, pp. 2733~2745.
- (3) Igharo, M. and Wood, J. V., 1988, "Sintering of Mixed High Speed Steel and Iron-Phosphorous Powders," *Powder Metall.*, Vol. 31, No. 3, pp. 184~188.
- (4) Igharo, M. and Wood, J. V., 1990, "Design of Sintered High Speed Steel Alloy Powders for Wear Applications," *Powder Metall.*, Vol. 33, No. 4, pp. 313~320.
- (5) Mulkarni, K. M., 1989, "Liquid Phase Sintering in High Speed Steels," *Solid State Phenomena*, Vol. 8, pp. 223~234.
- (6) Wright, C. S. and Ogel, B., 1993, "Supersolidus Sintering of High Speed Steels," *Powder Metall.*, Vol. 36, No. 3, pp. 213~219.
- (7) Helle, A. S., Eastering, K. E. and Ashby, M. F., 1985, "Hot Isostatic Pressing Diagrams: New Development," *Acta Metall.*, Vol. 33, No. 12, pp. 2163~2174.
- (8) Du, Z.-Z. and Cocks, A. C. F., 1992, "Constitutive Models for the Sintering of Ceramic Components — I. Material Models," *Acta Metall. et Mater.*, Vol. 40, pp. 1969~1979.
- (9) Besson, J. and Abouaf, M., 1992, "Rheology of Porous Alumina and Simulation of Hot Isostatic Pressing," *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 75, No. 8, pp. 2165~2172.
- (10) Frost, H. J. and Ashby, M. F., 1982, *Deformation Mechanism Maps, the Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*, Pergamon Press.
- (11) Herring, C., 1950, "Diffusional Viscosity of a Polycrystalline Solid," *J. Appl. Phys.*, Vol. 21, pp. 437~445.
- (12) Coble, R.L., 1963, "A Model for Boundary Diffusion Controlled Creep in Polycrystalline Materials," *ibid.*, Vol. 34, No. 6, pp. 1679~1682.
- (13) 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.
- (14) Sofronis, P. and McMeeking, R. M., 1992, "Creep of Power-Law Material Containing Spherical Voids," *J. Appl. Mech.*, Vol. 59, pp. s88~s95.
- (15) Venkatachari, K. R. and Raj, R., 1986, "Superplastic Flow in Fine-Grained Alumina." *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 69, No. 2, pp. 135~138.
- (16) Wilkinson, D. S. and Ashby, M.F., 1975, "Pressure Sintering by Power Law Creep," *Acta Metall.*, Vol. 23, pp. 1277~1285.
- (17) *ABAQUS User Manual*, 1995, Hibbit, Karlsson and Sorensen.
- (18) Fleck, N. A., Kuhn, L. T. and McMeeking, R. M., 1992, "Yielding of Metal Powder Bonded by Isolated Contacts," *J. Mech. Phys. Solids.*, Vol. 40, No. 5, pp. 1139~1162.
- (19) Bolton, J. D., Jeandin, M. and Treg, C. J., 1990, "Mechanism of Sintering in High Speed Steels with Phosphorous Alloying Addition," *Powder Metall.*, Vol. 33, No. 2, pp. 126~132.
- (20) Kobayashi, S. and Oh, S. I., 1989, *Metal Forming and The Finite Element Method*, Oxford University Press.
- (21) Besson, J. and Abouaf, M., 1991, "Behavior of Cylindrical HIP Containers," *Int. J. Solids Struct.*, Vol. 28, No. 6, pp. 693~715.
- (22) Xu, J. and McMeeking, R. M., 1992, "An Analysis of the Can Effect in An Isostatic Pressing of Copper Powder," *Int. J. Mech. Sci.*, Vol. 34, No. 2, pp. 167~174.
- (23) Arzt, E., Ashby, M. F. and Eastering, K. E., 1983, "Practical Application of Hot-Isostatic Pressing Diagrams: Four Case Studies," Vol. 14 A, No. 2, pp. 211~221.
- (24) Ashby, M. F., 1990, *Background Reading, HIP 6.0*, University of Cambridge, Cambridge, U. K.