Journal of Korean Powder Metallurgy Institute
Vol. 3, No. 3, 1996

탄화물의 첨가가 고속도강의 HIP과 마모에 미치는 영향

김득중 · 이원혁*
성균관대학교 재료공학과, *세연산업주식회사

Effect of Carbide Addition on HIPing and Wear Properties of HSS

Deug Joong Kim, Won Hyuk Rhee*
Dept. of Materials Engineering, Sung Kyun Kwan University
Chun Chun Dong 300, Jangan Gu, Suwon, 440-746 Korea
**Seyon Ind. Co., Ltd. 2L 53b, 2nd Region 2nd Sequence,*
Seongseo Ind. Complex, Dalseong, Taegu, 711-830 Korea
(Received September. 16, 1996)

ABSTRACT In recent times the potential application of the high speed steel produced by HIP process for wear resistant and cutting materials are increasing. In this work the microstructure of Anval 30 produced by HIP process was investigated and the effect of WC, TiC addition on microstructure formation and wear properties were studied. After HIP process at 1150 °C, the original feature of spherical raw powders was not removed and consequently, nonuniform microstructure was fomed. However the WC added by simple powder mixture incereased the sinterbility of high speed steel and uniform microstructure formed. The wear characteristics of Anval 30 with carbide addition were tested at RT and 600 °C. The uniform microstructure played an more important role in wear resistance as compared with the hardness.

1. 서 론

고속도강은 Mo, W, Cr, V의 탄화물 형성 원소를 20-30% 포함하여 비교적 고온에서의 내마모성을 향상시킨 재료로서 기지상 내에 형성된 탄화물의 크기 및 분포가 고속도강의 물성을 좌우하는 가장 큰 요인이다. 이상적인 물성을 위해서는 탄화물은 작고 균일하게 분포되어야하며 연결된 탄화물의 network나 큰 입자의 형성은 물성에 치명적인 것으로 알려지고 있다.[1]

일반적인 금속의 제조방법인 주조에 의해 고속도강을 제조할 경우 용융금속의 냉각과정에서 입자계면에서의 편석에 의한 불균일한 미세조직 형성을 피할 수 없다. 분말야금 공정은 비교적 낮은 소결온도 조절에 의한 액상형성에 의한 편석을 감소시킬 수 있으며 미세하고 균일한 조직을 얻을 수 있어 고속도강의 제조에 적합한 공정으로 많이 응용되고 있다.

고속도강의 소결은 미량의 액상형성에 의한 액상소결에 의한다고 보고되고 있으며[2] 공정조직을 피할 수 있는 적당량의 액상형성을 위한 소결온도 선택이 중요하다. 특히 탄소함량에 따른 액상선의 변화가 민감하여 20 °C의 온도 차이가 미세조직 형성에 주는 영향은 매우 크다.[3] 따라서 낮은 온도에서의 고밀도화를 위한 고온등압성형(HIP)에 의한 고속도강의 제조는 1970년대 이후 많은 산업적용이 이루어지고 있으며[4,5] 또한 한편으로는 내마모성을 향상시키기 위하여 탄화물형성원소의 다량첨가나 또는 초경합금의 첨가 등의 연구가 활발히 진행되고 있다.[6]

본 연구에서는 분말고속도강의 고온등압성형(HIP)에서 탄화물의 첨가 영향과 내마모성 실험을 통하여 조직 및 조성의 변화가 내마모 특성에 어떤 영향을 주는지를 살펴보았다.

2. 실험방법

2.1. 원료분말 및 혼합

본실험에 사용된 원료는 gas atomization에 의해 제

Table 1. Characteristics of used powder

Chemical Composition							
	% Cr	Mo	W	V	Co	Si	C
Anval 30	4.21	5.0	6.25	2.98	8.37	0.51	1.23
M2	4.2	5.0	6.2	1.9	-	0.4	
T15	4.5	0.3	12.5	4.8	5.0	-	

Size: ~150 μm
App. Density: 4.8 g/cm³
Tap Density: 5.25 g/cm³.

조된 Sweden산의 Anval 30 제품을 사용하였으며 고속도강의 일반적인 조성인 M2, T15 와 비교한 조성 및 특성은 Table 1에 수록하였다.

탄화물의 첨가를 위해 대한중석이 제조한 평균입도 1.08 μm의 WC와 H.C.Stark사의 1.2 μm TiC 를 사용하였으며 이를 Plastic Jar에서 5시간 건식 혼합하였다.

2.2. HIP

HIP를 위해서는 처리과정에서 외부에서 가하는 압력매체인 가스가 시편 내부에 전달되어 고밀도화가 이루어지지 않는 것을 방지하기 위하여 밀폐용기에 진공밀봉되어야 한다. 이때 사용할 수 있는 밀폐용기 재료는 HIP온도에서 안정적으로 가스 침투를 방지하고 시편 수축과 같이 변형이 가능한 재료를 선택하여야한다. 본실험에서는 Mild Steel을 이용하여 외경 30 mm, 두께 3 mm, 길이 50 mm의 can을 제작한 후 원료분말를 장입한후 400 °C에서 3시간 진공으로 degasing 한 후 봉합하여 canning 하였다.

canning된 시편의 HIP처리는 Ar가스를 압력매체로 1150-1200 °C 100 MPa에서 3시간 행하였다.

2.3. 미세조직 및 물성측정

HIP처리된 시편은 표면을 200# Diamond wheel로 1 mm 이상 갈아내고 15 μm, 9 μm, 6 μm, 3 μm, 1 μm의 Diamond paste를 이용 순차적으로 미세연마하였으며 2% nital 용액에서 부식한 후 광학 현미경과 SEM을 이용 미세조직을 관찰 하였다.

물성검사를 위한 열처리는 1120 °C에서 10분간 유지한 후 유냉하고 다시 500 °C에서 1시간 Tempering 하였다. as HIP 상태에서의 열처리는 오히려 경도가 감소하는 경향을 보여 열처리하기 전 균일한 상태를 만들기위한 소둔공정을 택하였으며 소둔 조건은 870 °C에서 90분간 유지한 후 9 °C/Min.의 냉각속도로 600 °C까지 서냉한 후 로냉시켰다. 완전소둔된 시편은 위의 방법으로 열처리하였다.

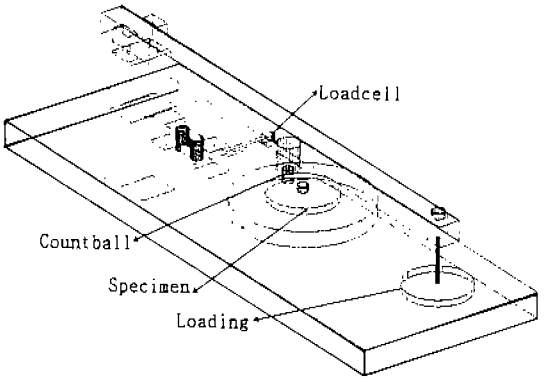


Fig. 1. Schematic diagram of ball-on-disk type tribotester.

경도 측정은 시편을 연마한 후 Vickers 경도기를 이용하여 비교적 큰 압흔을 유도하기 위하여 5 Kg 힘으로 압착한후 압착흔의 크기를 측정하여 경도값으로 환산하였다. 이때 압흔의 크기는 100 μm 이상이었으며 시편당 5번 이상을 측정하여 평균하였다.

내마모실험은 Fig. 1의 ball on disk type의 내마모 시험기를 이용하여 6 mm 크기의 알루미나 ball를 이용하여 300 kg 하중에서 0.2 m sec^{-1}의 속도로 회전시킨후 마찰계수를 측정하였으며 1000 m 마모 후 SEM를 통해 마모흔을 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. Anval 30 HSS 분말의 HIP 소결

Anval 30은 일반적으로 가장 많이 사용되는 고속도강 조성인 T15, M2 조성을 기초로 고온에서의 특성을 향상시킨 것으로 M2 고속도강 조성에 Co가 8% 정도 첨가한 조성으로 이루어져 있다. Fig. 2는 Anval 30 원료분말의 현미경 단면 부식상태의 조직사진이다. 평균 150 μm 정도의 구형입자로 이루어져 있으며 급냉제조 과정에서 탄화물은 형성되지않은 준안정상태임을 확인할 수 있었다.

평균 입자크기 150 μm 크기는 상압소결을 위해서는 큰 편이나 구형의 입자인 관계로 packing 밀도는 아주 우수하여 간단한 tapping에 의해서 만도 이론밀도의 70%를 얻을 수 있었고 이는 HIP 공정시 can-

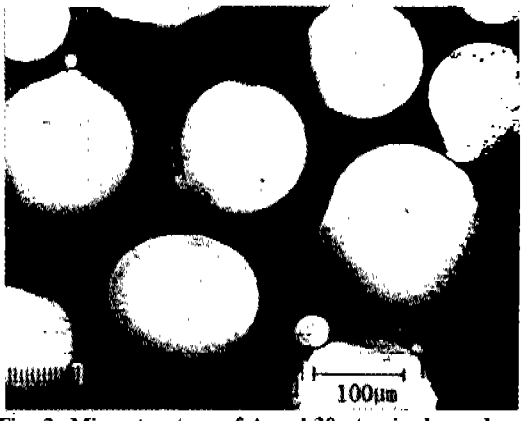
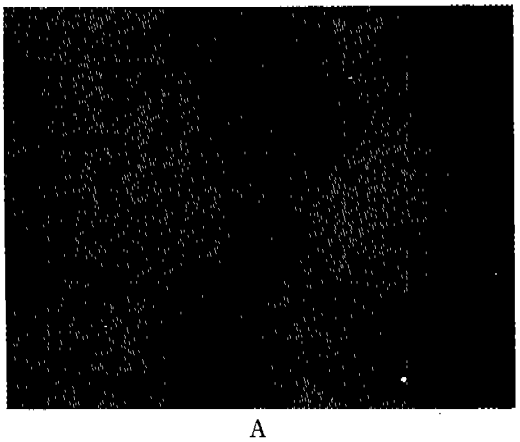
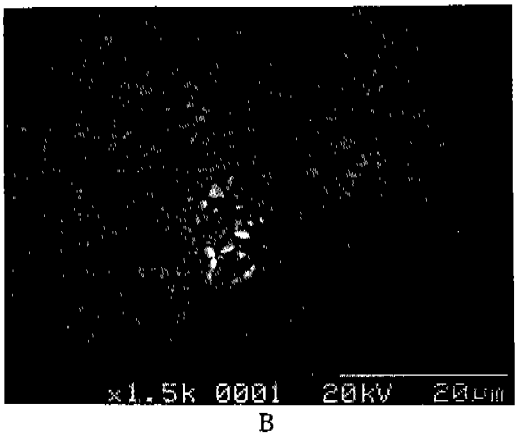


Fig. 2. Microstructure of Anval 30 atomized powder.



A

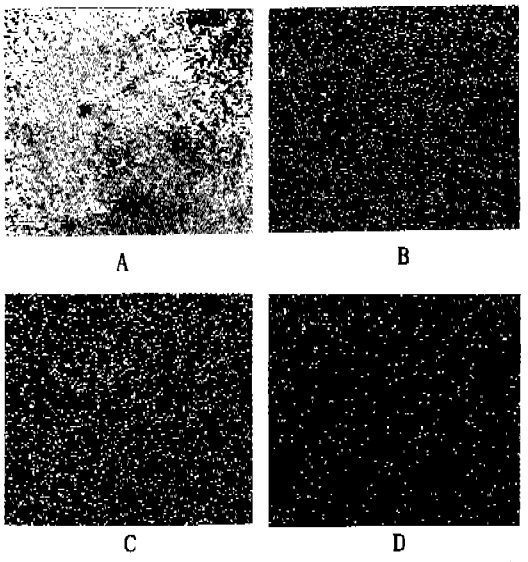


B

Fig. 3. Microstructure of Anval 30 hiped at 1150 °C.

ning 공정에서 매우 유리하게 작용할 것으로 생각되어 진다.

이론적으로 계산된 고속도강의 HIP map에 의하면



A B C D

Fig. 4. X-ray dot maps of Anval 30 hiped at 1150 °C. (A) SEM image, (B) W, (C) Mo, (D) Co

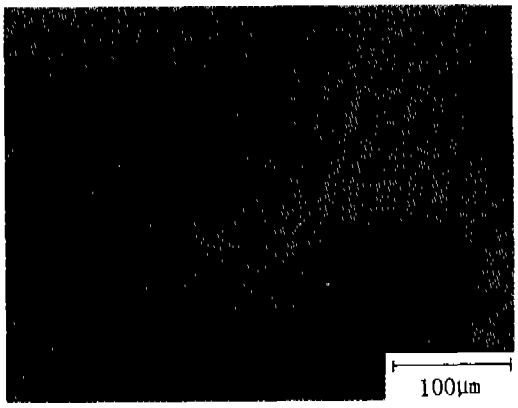
100 MPa, 1150 °C의 HIP조건에서 한시간 이내에 이론 밀도의 99% 이상의 고밀도화가 가능하며 주된 고밀도화 기구는 power-law-creep에 의한다고 알려지고 있다.[7]

Fig. 3은 1150 °C에서 HIP처리한 Anval 30 시편의 부식후의 미세조직 사진이다. 부식전의 상태에서 기공은 거의 발견되지 않았으며 부식 후 Fig. 3(A)에서 보면 원래 입자의 입계가 부식되면서 HIP 후에도 미세조직 균질화가 일어나지 않고 형상을 그대로 유지하고 있다. Fig. 3(B)의 입계부분 확대사진에서 자세히 살펴보면 1-2 μm 크기의 탄화물이 입자내부와 입계에 고루 분포되어 있으며 뚜렷한 액상 형성 흔적은 발견되지 않았다. 이는 분말제조나 취급시에 표면에 형성된 미량의 불순물이 HIP 처리과정에서 제거되지 않고, HIP 처리시 충분한 액상이 형성되지 않아 조직의 재배열이 일어나지 않으므로서 미세조직이 분말 원래의 형상을 유지하고 있는 것으로 생각되어 진다. Fig. 4의 EDAX maping 분석결과에 의하면 공정조직을 형성하는 주성분인 W, Mo, Co의 특별한 조성상의 불균일 분포는 관찰되지 않았다.

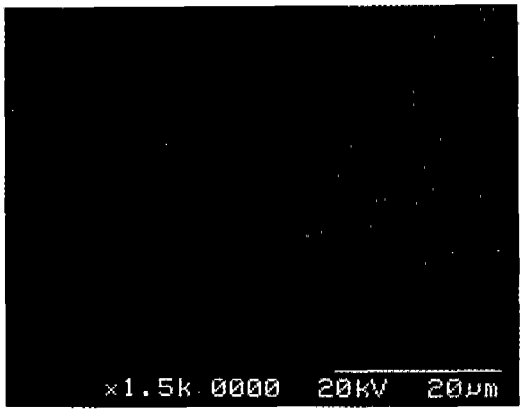
Table 2는 위의 분균일한 미세조직의 부위별 비커스 경도 측정결과이다. 압흔의 크기가 100 μm 정도로서 작은입자부분은 입계가 많이 포함되며 이부분의 경도가 입자내부가 많이 포함되는 큰입자 부위보

Table 2. Hardness of Anval 30 hiped at 1150 °C.

	Hardness (Hv 5 Kg)	
Region of small particles	701 666 689	685
Region of large particles	603 593 613	603



A

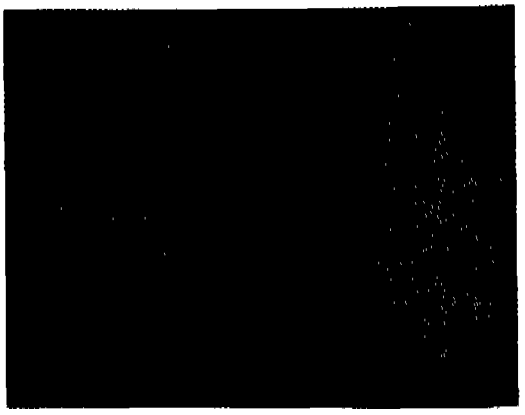


B

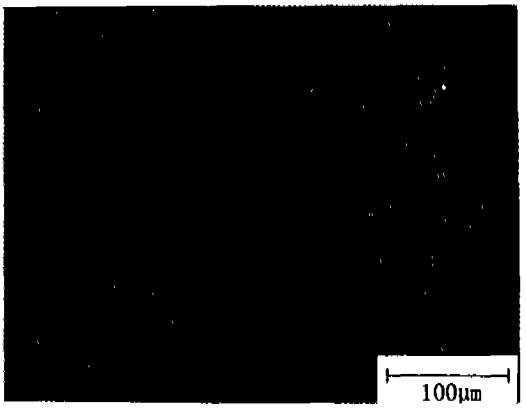
Fig. 5. Microstructure of Anval 30 hiped at 1200 °C.

다 높은 경도를 보이며 부위별 경도 차이가 두드러진다. 일반적으로 분말야금으로 제조된 고속도강의 주용도인 엔드밀 등의 공구재료에서는 HIP 처리후 단조 압연 등의 열간가공 처리를 행하므로서 조직을 균일하게 유지할 수가 있다.[8]

Fig. 5는 1200 °C에서 HIP 처리한 시편의 미세조직 사진이다. 외관상의 입자형상 유지는 1150 °C와 비슷



A



B

Fig. 6. Microstructure of Anval 30 with 5% WC(A) and 5% TiC(B) hiped at 1200 °C

하나 큰입자 내부에서 50 μm 정도의 작은 입자로 분리가 이루어지고 있으며 Fig. 5(B)의 고배율에서 살펴보면 1150 °C의 경우와는 달리 입자내부의 작은 탄화물 형성은 적어지고 입계에서는 공정 액상 형성에 의한 탄화물 형성이 관찰되고 있다.

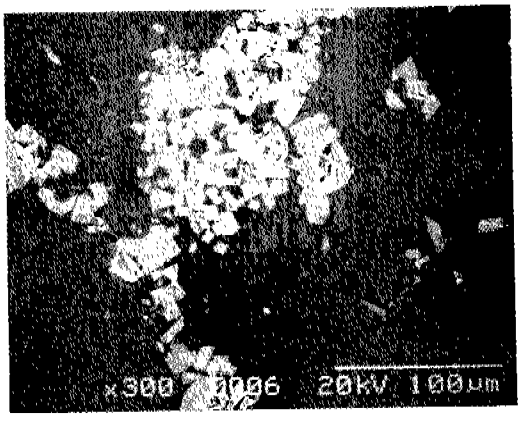
3.2. 탄화물 첨가실험

고속도강의 상압소결에서 WC를 첨가하면 소결성이 향상되며 반면 TiC의 첨가는 소결성을 저하시킨다.[6] Fig. 6은 Anval 30분말에 WC와 TiC를 각각 5% 첨가한 시편의 1200 °C에서 HIP 처리 후의 미세조직 사진이다. 모든 시편에서 기공은 발견되지 않았다. Fig. 6(A)의 WC 첨가시편의 경우 충분한 액상 형성에 의한 거의 고른 50 μm 입자크기의 조직 균질화가 이루어졌으며, Fig. 6(B)의 TiC 첨가시편은 Anval 30

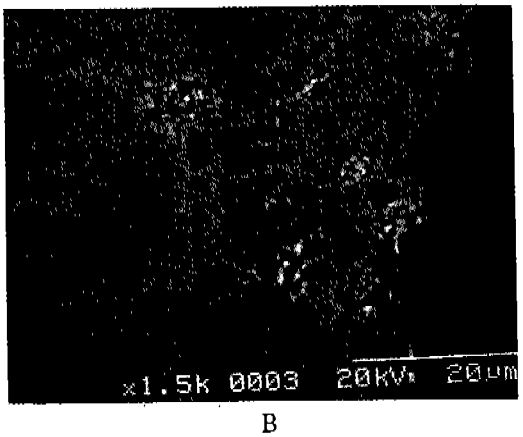
시편과 마찬가지로 본래의 큰 입자 형상을 유지하고 있으며 내부적으로는 작은 입자의 분리가 시작되고 있다.

Fig. 7은 Fig. 6의 확대 사진으로 입계에 공정 액상 형성이 일어나고 있음을 알 수 있었으며 A의 WC 첨가의 경우 첨가한 WC가 모두 반응하여 액상형성에 기여하여 잔존하는 WC 입자를 발견할 수 없었으나, B의 TiC 첨가시편에서는 일부 액상과 함께 첨가한 작은 크기의 TiC 입자를 발견할 수 있었다.

위 시편의 XRD 분석결과도 TiC 첨가시편과는 달리 WC 첨가시편에서는 잔존하는 WC를 발견할 수 없었다. 이로보아 첨가한 WC는 HIP 처리중 반응하여 액상선을 탄소가 많은 영역으로 이동시키면서 낮은 온도에서 액상을 형성시키는 것으로 판단되며 안정한 TiC는 잔존하여 액상 형성에 도움을 주지않는 것으로 생각된다.



A



B

Fig. 7. Maginified microstructure of Fig. 5 (A) with 5% Wc, (B) with 5% TiC.

3.3. 경도 및 마모시험

Table 3은 비커스경도를 측정한 결과이다. as HIP 상태에서의 경도는 비교적 높은 값을 유지하고 있으며 이는 HIP 냉각과정에서 고압력의 가스대류에 의한 노냉 냉각속도가 빠르기 때문일 것이다. Table 2의 1150 °C Anval 30 시편과 비교하면 조직상의 차이와는 달리 경도차이는 없었으며 Anval 30 시편과 TiC를 첨가한 시편은 앞의 조직사진에서 살펴본 바와같이 조직이 불균일하고 경도 편차도 심하였으나 WC 첨가시편은 조직도 균일하고 비교적 경도편차도 작았다.

열처리 후의 경도도 시편에 따른 편차 경향은 비슷

Table 3. Hardness of as HIPed and heat treated HSS

	as HIPed		after heat treatment	
Anval 30	650±44	701 593	678±78	795 584
+5% WC	687±9	701 677	721±17	752 701
+5% TiC	691±40	752 655	892±61	986 795

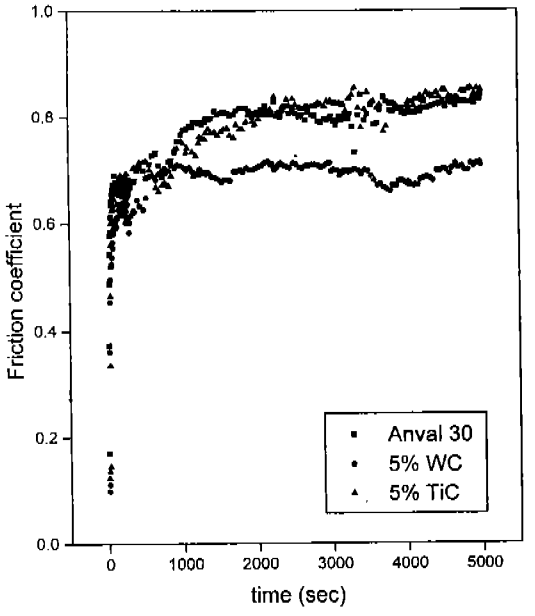


Fig. 8. Variation of friction coefficient during the wear test at room temperature.

하였으나 전체적으로 편차폭은 증가하였다. 탄화물 첨가에 의한 경도변화는 WC 첨가의 경우 평균적으로는 약간 증가하였으나 Anval 30 시편의 편차가 크고 최대값을 고려할때 뚜렷하게 증가하였다고 이야기하기는 곤란하며 이는 첨가한 WC가 모두 반응하여 공정조직을 형성하기 때문으로 생각된다. 반면에 TiC 첨가시편은 HIP후에도 TiC가 남아있으며 경도도 타 시편에 비해 큰폭으로 30%정도 증가 하였다.

Fig. 8은 상온에서 실행한 마모시험의 마찰계수변화이다. 시편별로 마모진행정도에 따라 큰 변화는 없으며 WC 첨가시편이 가장 낮은 값을 보이고 있다. Fig. 9의 마모흔을 살펴보면 마찰계수가 큰 Anval 30이나 TiC 첨가시편의 경우 마모폭의 너비가 크고 마모가 많이 진행되었음을 알 수 있었다. 마모흔의 내부를 살펴보면 Anval 30이나 TiC 첨가시편은 WC 첨가시편과는 달리 마모가 일어난 부분에서 미세조직에서와 마찬가지로 본래의 입자형상이 관찰되며 이로인해 마찰면이 불규칙해지고 마찰계수도 증가할 것이다. 이로보아 조직의 불균일이 평균적인 경도경향보다 마모에 더 큰 영향을 줌을 알 수 있었다.

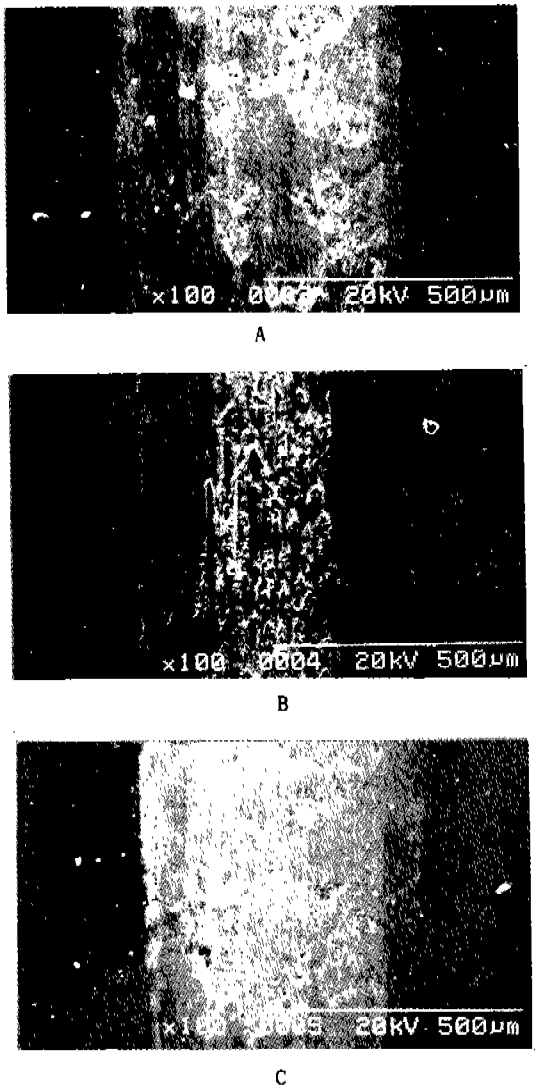


Fig. 9. Micrographs of wear track tested at room temperature (A) Anval 30, (B) with 5% WC, (C) with 5% TiC

Fig. 10은 600 °C에서 실행한 마모시험의 마찰계수 변화이다. 상온실험과는 달리 전체적인 마찰계수가 감소되었으며 이는 고온에서 소성변형이 용이하기 때문으로 판단된다. 시편별 상대적인 계수의 변화를 보면 WC 첨가시편이 상온에서와 마찬가지로 가장 낮은 값을 보이고 상온 시험과는 달리 TiC 첨가시편이 Anval 30 시편보다 조금 낮은 값을 보이고 있다. Fig. 11의 마모흔을 살펴보면 마찰계수가 제일 낮은 WC 첨가시편이 제일좁은 마찰폭을 보이나 TiC 첨가시편과 비교할때 상온에서의 경우보다는 차이가 적었다. Fig. 12의 고배율사진에서 보면 Anval 30 시편은 소성변형이 심하여 재료가 밀린흔적을 살펴볼 수 있으며 이로인해 마찰면이 더욱 거칠어졌으며, TiC

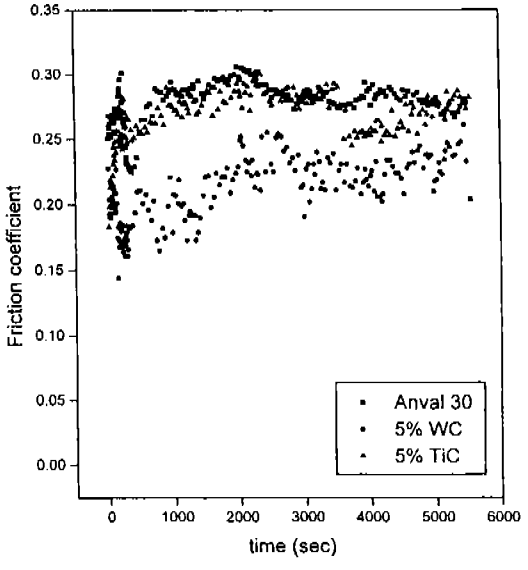
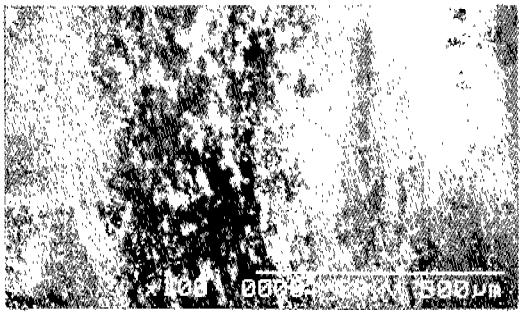
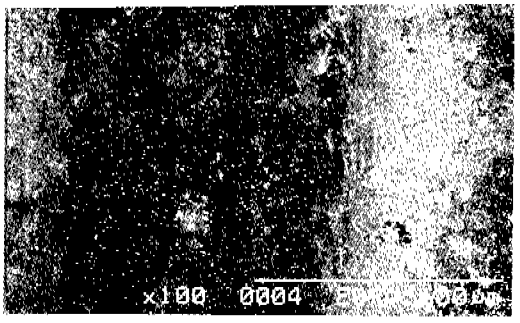


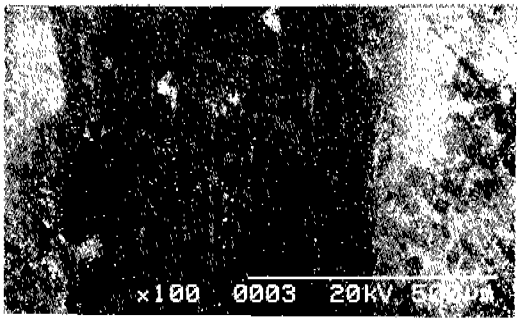
Fig. 10. Variation of friction coefficient during the wear test at 600 °C.



A

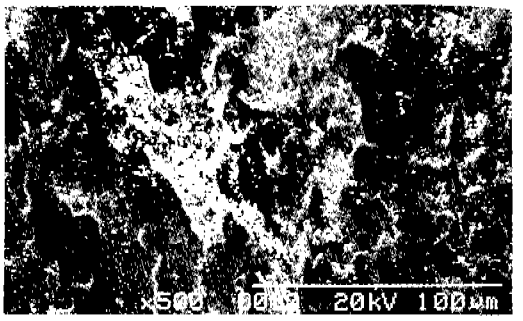


B

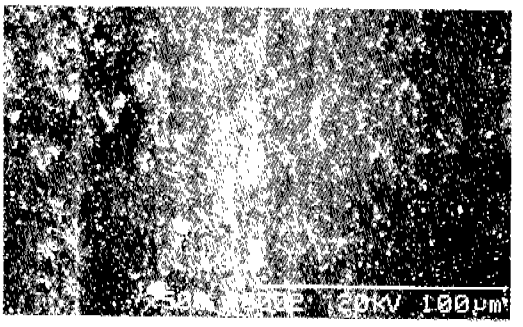


C

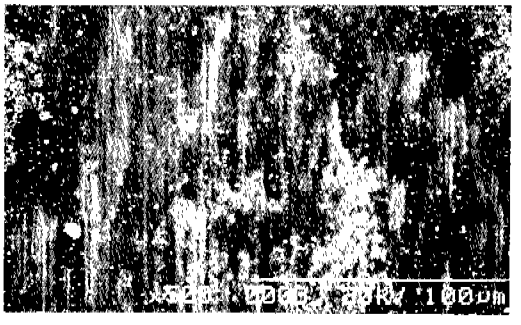
Fig. 11. Micrographs of wear track tested at 600 ℃ (A) Anval 30, (B) with 5% WC, (C) with 5% TiC



A



B



C

Fig. 12. Magnified micrographs of Fig. 12 (A) Anval 30, (B) with 5% WC, (C) with 5% TiC.

첨가시편은 상온에서와 마찬가지로 조직의 불균일에 의한 마모가 일어나고 있음을 알 수 있었다.

4. 결 론

가. Anval 30 분말을 이용하여 1150 ℃에서 HIP 처리는 완전치밀화를 이룰 수 있으나 미세조직에서 원료분말의 본래형상을 유지하는 조직의 불균일이 제거되지 않았으며 이로인해 경도가 부위별로 큰 차이를 나타내었다.

나. 1200℃에서의 HIP 처리에서는 일부 공정액상이 형성되어 큰입자가 50 μm 정도의 작은입자로 분리가 시작되나 원료분말 본래의 모습을 그대로 유지하였다.

다. Anval 30에 5%WC를 첨가하여 1200 ℃에서 HIP 한 결과 WC가 반응하여 충분한 공정액상을 형성하며 이로인한 조직의 균일화가 이루어지고 있으며 경도편차도 감소하였다.

라. 5% TiC를 첨가한 경우는 TiC의 안정성에 의해 충분한 액상이 형성되지 못하여 Anval 30의 경우와 비슷한 불균일한 미세조직을 보이나 30% 이상의 경도가 증가하였다.

마. 상온 및 600 ℃ 마모시험 결과 경도보다는 미세조직의 불균일성이 마모특성에 더 나쁜 영향을 끼치어 미세조직이 균일한 WC 첨가시편이 가장 좋은 내마모 특성을 보였으며, 탄화물 첨가시 조직내의 탄화물 증가로 고온마모시험에서 소성변형을 방지하여 좋은 내마모특성을 보였다.

감사의 글

본연구는 과학기술처의 연구지원으로 이루어졌으며 이에 감사드립니다. 또한 HIP 과정을 도와주신 한국기계연구소의 한유동 박사님께 감사를 드립니다.

참 고 문 헌

1. L. A. Muller, R. Wahling, N. Katrak, R. Chattopadhyay: Key Engineering Materials, **29-31** (1989) 565
2. S. Takajo, N. Nitta: *Sintering 85*, G. C. Kuczinski, D. P. Uskokovic, H. Palmour III, M. M. Ristic, Plenum Press, NY (1987) 189
3. K. Kulkarni, A. Ashurst, M. Svilar: Modern Development in Powd. Met., **13** (1981) 93
4. R. J. Beltz, J. D. Dankoff, R. J. Henry, R. V: Avd. in PM, **6** (1991) 177
5. J. W. Shaw, R. A. Queeney: Avd. in PM, **2** (1990) 77
6. J. M. Torralba, L. E. G. Cambronero, J. M. Ruiz-Prieto, M. M. Neves: Powder Metallurgy, **36**(1) (1993) 55
7. E. Arzt, M. F. Ashby, K. E. Eastering: Met.Transaction A, **14A** Feb (1983) 211
8. M. L. Shoenberger, R. V. Leverenz: *Metals Handbook*, desk ed., ASM (1985) 25.16