

공구강 분말 성형체의 치밀화 거동과 결정립 성장에 관한 유한 요소 해석

전윤철 · 김기태
포항공과대학교 기계공학과

A Finite Element Analysis for Densification Behavior and Grain Growth of Tool Steel Powder Compacts

Y. C. Jeon and K. T. Kim

Department of Mechanical Engineering, Pohang University of Science and Technology, San 31, Hyoja-dong, Nam-ku, Pohang 790-784, Korea

(Received April 14, 1997)

ABSTRACT Densification behavior and grain growth of tool steel powder compacts during pressureless sintering, sinter forging, and hot isostatic pressing were investigated. Experimental data were compared with results of finite element calculations by using the constitutive model of Abouaf and co-workers and that of McMeeking and co-workers. Densification and deformation of tool steel powder compacts were studied by implementing power-law creep, diffusional creep, and grain growth into the finite element analysis. The shape change of a powder compact in the container during hot isostatic pressing was also studied. The theoretical models did not agree well with experimental data in sinter forging, however, agreed well with experimental data in hot isostatic pressing.

1. 서 론

분말 야금 공정은 주조나 단조 공정에 비해 비교적 낮은 공정 온도에서 부품 성형이 가능하므로 결정립 성장이 둔화되며 등방성 재질을 얻을 수 있다.¹⁾ 특히, 경도와 강도가 높은 난가공재인 경우 정형(near net shape)에 가까운 부품을 성형함으로써 최종 가공 공정을 최소화할 수 있으며²⁾ 이를 위해서는 분말 재료의 고온 치밀화 거동을 예측할 수 있는 구성 모델에 대한 연구가 필요하다. 고온 성형 공정 중의 금속 분말 성형체의 치밀화에 대한 구성 모델은 멱수 법칙 크리프(power-law creep)와 확산 크리프(diffusional creep)를 주로 고려하며, 치밀화 중에 발생하는 결정립 성장(grain growth)도 함께 고려한다.

Besson과 Abouaf³⁾는 멱수 법칙 크리프와 확산 크리프 및 결정립 성장을 고려한 구성 모델을 제안하고 이를 유한 요소 해석에 적용하여 알루미늄 재질의 원통과 원추 형상 부품에 대한 열간 등압 소결 공정을 해석하였다. 또한, Abouaf 등³⁾은 전도 열전달 현상을

구성 모델에 적용하여 열간 등압 소결시 용기가 형상 변화에 미치는 영향에 대한 유한 요소 해석을 통해 용기의 최적 형상을 해석하였다.

Kuhn과 McMeeking⁴⁾은 상대 밀도 $D < 0.9$ 인 경우에 대해 분말 입자가 구형이며 크기가 일정하다는 가정 하에 멱수 법칙 크리프 변형을 하는 분말 입자간의 미소 역학적인 모델로부터 분말 성형체의 치밀화 거동을 해석할 수 있는 구성 모델을 제안하였다. 또한, Sofronis와 McMeeking⁵⁾은 상대 밀도 $D > 0.9$ 인 분말 성형체의 잔류 기공 형상을 중공구형으로 가정하여 유한 요소 해석을 통하여 멱수 법칙 크리프에 대해 치밀화 거동을 해석할 수 있는 구성 모델을 제안하였다.

최근, Song 등⁶⁾은 구리 분말의 고온 치밀화 성형 공정에 대한 실험적 연구를 수행하였고 McMeeking과 공동 연구자들^{4,5)}이 제안한 멱수 법칙 크리프에 대한 구성 모델을 유한 요소 해석에 적용하여 실험치와 비교하였다. Song 등⁶⁾이 실험에 사용한 구리 분말 입자의 기하학적인 형상은 구형이 아니며 크기가 일정하지 않아 McMeeking과 공동 연구자들^{4,5)}에 의해 제

안된 구성 모델에 의한 계산치는 일축 압축 소결의 경우에 실험치와 잘 일치하지 않았으나 열간 등압 소결에서는 실험치와 잘 일치하였다.

Frost와 Ashby⁷⁾는 결정립의 크기가 입자의 크기에 비해 현저히 작은 경우에 대해 Nabarro-Herring⁸⁾이 제안한 체적 확산(volume diffusion)과 Coble⁹⁾이 제안한 입계 확산(boundary diffusion)을 조합하여 확산 유동(diffusional flow)에 대한 구성 모델을 제안하였다.

본 논문에서는 공구강 분말의 고온 치밀화 거동을 예측하기 위해 Abouaf와 공동 연구자들^{1,3)}이 제안한 먹수 법칙 크리프와 확산 크리프 및 결정립 성장 속도에 대한 경험적 구성 모델(이하 Abouaf 등^{1,3)}의 모델)과 McMeeking과 공동 연구자들^{4,5)}이 제안한 먹수 법칙 크리프에 대한 이론적 구성 모델에 Frost와 Ashby⁷⁾가 제안한 확산 유동을 고려한 구성 모델들(이하 McMeeking 등^{4,5,7)}의 모델)을 유한 요소 해석(ABAQUS)에 적용하였으며, 결정립 성장에 대해서는 Abouaf 등^{1,3)}이 제안한 결정립 성장 속도식을 사용하였다. 구성 모델에 의한 유한 요소 해석 결과는 공구강 분말의 상압 소결, 일축 압축 소결 및 열간 등압 소결의 실험치와 비교 검토하였으며, 특히, 일축 압축 소결 공정에 대해서는 시편 내부의 상대 밀도 분포와 결정립 크기 분포에 대한 실험 결과를 유한 요소 해석 결과와 비교함으로써 구성 모델의 유용성을 검증하고자 하였다.

2. 실험

실험에 사용된 분말은 가스 분사법(gas atomization)으로 제조된 구형의 D7 공구강 분말(Anval Inc., Sweden)이며 이론 밀도는 7.6 g/cm^3 이다. Table 1은 실험에 사용된 D7 공구강 분말의 화학적 조성을 나타낸다. Fig. 1은 D7 공구강 분말의 형상을 보여주며 분말 입자가 구형임을 알 수 있다. 공구강 분말은 다른 금속 분말에 비해 경도와 항복 강도가 높으므로



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

상온에서는 성형성이 좋지 않아 결합제로써 폴리비닐 부티릴(polyvinyl butyrol)을 혼합하여 사용하였다.

2.1. 상압 소결

공구강 분말 32 g을 초경 금형에 넣은 뒤 500 MPa의 압력으로 양단 압축하여 성형한 후 결합제의 탈지(debinding)를 위해 수소 분위기로에서 1000°C 로 30분 동안 소결하였다. 성형된 시편의 상대 밀도는 0.69이었으며, 직경과 높이는 각각 20.3 mm과 18.5 mm이었다.

실험은 진공 소결로에서 수행하였으며 실험 스케줄은 1000°C 까지는 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 으로 승온하였고, 1000°C 에서 탈산(deoxidation)을 위해 30분 동안 온도를 유지시킨 후 소결 온도인 1200°C 와 1255°C 까지는 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 으로 승온하여 최대 200 분간 실험을 수행하였다.

2.2. 일축 압축 소결

공구강 분말 1.93 g을 초경 금형에서 300 MPa의 압력으로 양단 압축하여 냉간 성형한 후 결합제의 탈지와 분말간의 응집력을 갖게 하기 위하여 수소 분위기로에서 1000°C 로 30분 동안 소결하였다. 성형된 시편의 상대 밀도는 0.67이었으며, 직경과 높이는 각각 7.03 mm와 9.49 mm 이었다. 실험 장치는 정하중(dead weight) 방식으로 하중을 가할 수 있는 장치에 분위기로와 고온 변위 측정 장치를 부착한 것이었다. 고온 변위 측정 장치에 대한 자세한 설명은 Kim 등¹⁰⁾의 논문에 언급되어 있다. 실험은 1000°C 에서 19.4 MPa과 23 MPa로 아르곤 분위기에서 최대 90 분간 실험하였다.

Table 1. Chemical Compositions of D7 Tool Steel Powder

C	Si	Mn	P	S
2.29	0.43	0.38	0.02	0.01
Cr	Ni	Mo	V	N
12.2	0.35	1.21	4.05	0.08

2.3. 열간 등압 소결

공구강 분말의 용기로서 304 스테인레스 강관(304 stainless steel tube)을 사용하였으며 용기는 분말을 채우기 전에 불순물을 제거하기 위해 물과 염산 5%의 혼합 용액으로 세척하였다. 공구강 분말 91 g을 용기에 채워 넣고 40 MPa의 압력으로 압축하여 상대 밀도 0.65인 예비 성형체를 얻었다. 결합제를 포함한 용기 내부의 불순물을 제거하기 위하여 500 °C에서 5 시간 동안 탈가스 작업(degassing)을 한 후 밀봉하여 용기 내부를 진공 상태로 유지시켰다. 시편의 크기는 직경 22.8 mm, 높이 43 mm이었다.

온도와 압력을 프로그래밍하여 자동으로 제어할 수 있는 열간 등압 소결기(Hot Isostatic Press; System 30T, Kobelco, Japan)를 사용하여 1000 °C에서 압력을 30 MPa과 50 MPa로 각각 달리하여 최대 4 시간 동안 수행하였다.

2.4. 고온 인장 크리프 실험

멱수 법칙 크리프에서의 크리프 지수 n 과 Dom 상수 A 는 모재의 일축 인장 크리프 혹은 압축 크리프 실험에 의해 결정할 수 있다. 본 논문에서는 공구강 분말을 열간 등압 소결로 제조하여 이론 밀도를 갖는 공구강 모재를 ASTM E8 규격에 따라 가공하였다.

가공된 시편을 이용해 유도 가열로가 장착되어 있는 MTS 재료 시험기에서 800 °C, 900 °C 및 1000 °C에서 고온 인장 크리프 실험을 수행하였다. 고온 신장계(extensometer)를 사용하여 변형률을 측정하였으며 측정값을 연속으로 컴퓨터에 입력하였다.

2.5. 미세 구조 관찰

소결체 내부의 미세 조직을 관찰하기 위해 절단한 시편의 단면을 연마한 다음 10% nital로 부식한 후 SEM으로 관찰하였다. 결정립 크기 G 는 시편 단면에서 일직선이 입계와 만나는 평균 교점 거리 G_x (mean intercept length)를 측정하여 식 (1)로부터 구하였다.¹¹⁾

$$G = 1.56G_x \quad (1)$$

3. 이론적 배경

3.1 Abouaf 등^{1,3)}의 모델

3.1.1. 멱수법칙 크리프(Power-Law Creep)

Abouaf 등^{1,3)}은 고온에서 멱수 법칙 크리프에 대한 치밀화 거동을 예측할 수 있는 크리프 변형률 속도를 상당 Mises 응력 σ_{eq} 를 이용하여 다음과 같이 제안하였다.¹²⁾

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \frac{D\dot{\epsilon}_0 \sigma_{eq}^{n-1}}{\sigma_0^n} \left(f_1 \delta_{ij} + \frac{3}{2} cs_{ij} \right) \quad (2)$$

$$= DA \sigma_{eq}^{n-1} \left(f_1 \delta_{ij} + \frac{3}{2} cs_{ij} \right) \quad (3)$$

여기서

$$\sigma_{eq}^2 = f_1^2 + 3cI_2$$

$I_1 = \sigma_{kk}$, $I_2 = 1/2s_{ij}s_{ij}$, $s_{ij} = \sigma_{ij} - 1/3\sigma_{kk}$, A , δ_{ij} 및 D 는 각각 Dom 상수, Kronecker delta 및 상대 밀도를 나타낸다. c 와 f 는 각각 상대 밀도의 함수이며, 실험을 통해 구할 수 있다. 비다공질 재료인 경우 c 와 f 는 각각 1과 0을 가지며, 이 경우 상당 Mises 응력 σ_{eq} 은 통상적인 Mises 응력 σ_c 이 된다.

3.1.2. 확산 크리프(Diffusional Creep)

확산 크리프의 경우 Abouaf 등^{1,3)}은 소결시 치밀화와 변형에 주로 영향을 미치는 소결 포텐셜 σ_s 을 고려하여 다음과 같은 크리프 변형률 속도식을 제안하였다.¹⁾

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \frac{DA \exp(-\tilde{Q}/RT)}{TG^3} \left\{ f(\sigma_{kk} - 3\sigma_s) \delta_{ij} + \frac{3}{2} cs_{ij} \right\} \quad (4)$$

여기서 σ_s , T , G , R 및 Q 는 소결 포텐셜, 절대 온도, 결정립 크기, 기체 상수 및 확산 활성화 에너지를 나타낸다.

3.1.3. 결정립 성장 속도(Grain Growth Rate)

고온 치밀화 공정시 결정립 성장의 속도는 온도와 외력의 변화에 민감하며 치밀화 과정에 중요한 영향을 미친다. Abouaf 등^{1,3)}은 결정립 성장에 대한 식을 소결 포텐셜 σ_s 에 의한 결정립 성장 속도 \dot{G}_{ss} 와 외력으로 인한 변형에 의하여 향상된 결정립 성장 속도 k_3d 의 합으로 나타내었다.

$$\dot{G} = \dot{G}_{ss} + k_3d \quad (5)$$

여기서 d 는 손상 계수(damage parameter)를 나타낸다.

외력에 의한 결정립 성장 속도는 각 응력 상태마다 다르게 나타내어야 한다.^{1,13)} 상압 소결의 경우 온도 구배가 없다고 가정하면 외력이 결정립 성장 속도에

미치는 영향은 무시할 수 있다. 따라서, 상압 소결에 대한 결정립 성장 속도는 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$\dot{G} = \frac{k}{G^m} \quad (6)$$

여기서 m 은 재료 상수이며, k 는 온도만의 함수로 실험으로부터 결정된다.

일축 압축 소결의 경우 Abouf 등^{1,3)}은 소결 포텐셜과 외력에 의한 결정립 성장 속도식을 다음과 같이 제안하였다.

$$\dot{G} = \dot{G}_0 + A \exp(-Q/RT) K_1 \sigma_e^{N+1} G^{-p} \quad (7)$$

여기서 A , K_1 , N 는 재료 상수이며, p , Q 및 σ_e 는 결정립 크기 지수, 활성화 에너지 및 Mises 응력을 나타낸다.

열간 등압 소결의 경우 결정립 성장 속도식은 다음과 같이 쓸 수 있다.¹⁾

$$\dot{G} = \dot{G} + K_3 P \exp(-K_2 t) \ln \left(\frac{1}{D_1} \right) \quad (8)$$

여기서 P 와 D_1 는 각각 가해진 외력과 초기 상대 밀도를 나타내며, K_2 와 K_3 는 재료 상수이다.

3.2 McMeeking 등^{4,7)}의 모델

3.2.1. 멱수법칙 크리프(Power-Law Creep)

McMeeking과 공동 연구자들^{4,5)}은 상대 밀도 $D=0.9$ 를 기준으로 하여 치밀화 단계를 초기와 말기 단계로 나누어 고려하였다.¹⁴⁾ Kuhn과 McMeeking⁴⁾은 상대 밀도 $D < 0.9$ 인 초기 치밀화 단계에서 접촉된 상호 입자간의 크리프 변형을 모델링하여 다음과 같이 분말 성형체의 크리프 변형률 속도식을 구하였다.

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon}_{ij} = \dot{\epsilon}_0 \frac{27\pi}{16\sqrt{3}} \left(\frac{D-D_0}{1-D_0} \right)^{1/2} \left[\frac{(1-D_0)}{3D^2(D-D_0)} \right]^n \\ \times \left[\left(\frac{|\sigma_m|}{\sigma_0} \right)^{\frac{n+1}{n}} + \left(\frac{2\sigma_e}{3\sigma_0} \right)^{n+\frac{1}{n}} \right]^{n-1} \\ \left[\left(\frac{|\sigma_m|}{\sigma_0} \right)^{\frac{1}{n}} (\text{sign} \sigma_m) \frac{\delta_{ij}}{3} + \left(\frac{2\sigma_e}{3\sigma_0} \right)^{\frac{1}{n}} \frac{S_{ij}}{\sigma_e} \right] \end{aligned} \quad (9)$$

여기서 D_0 , σ_m 그리고 σ_e 는 각각 분말 성형체의 초기 상대 밀도, 정수 응력 및 Mises 응력을 나타낸다. 또한,

Sofronis와 McMeeking⁵⁾은 상대 밀도 $D > 0.9$ 인 말기 치밀화 단계에서 잔류 기공의 형상을 중공구로 가정하여^{15,16)} 다음과 같은 크리프 변형률 속도식을 구하였다.

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \left(\frac{\tilde{\Omega}}{\sigma_0} \right)^{n-1} \left[\left(\frac{2-D}{D} \right)^{\frac{2n}{n+1}} \frac{3S_{ij}}{2\sigma_0} + \right. \\ \left. \left(\frac{3}{2n} \right)^2 \left(\frac{(1-D)n}{(1-(1-D)^{1/n})^n} \right)^{\frac{2}{n+1}} \frac{\sigma_m}{\sigma_0} \frac{\delta_{ij}}{3} \right] \end{aligned} \quad (10)$$

여기서

$$\tilde{\Omega} = \left[\left(\frac{2-D}{D} \right)^{\frac{2n}{n+1}} \alpha_e^2 + \left(\frac{(1-D)n}{(1-(1-D)^{1/n})^n} \right)^{\frac{2}{n+1}} \left(3 \frac{\sigma_m}{2n} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}}$$

3.2.2. 확산 유동(Diffusional Flow)

Frost와 Ashby⁷⁾는 결정립 크기가 입자의 크기에 비해 현저히 작을 경우($G \ll 2R$) Nabarro-Herring⁸⁾의 체적 확산(volume diffusion)과 Coble⁹⁾의 입계확산(boundary diffusion)을 조합하여 확산 유동(diffusional flow)에 대한 구성 모델을 다음과 같이 제안하였다.

$$\dot{\epsilon} = \frac{14\sigma\Omega}{kTG^2} \left[D_v + \frac{\pi\delta D_b}{G} \right] \quad (11)$$

여기서 Ω , k , T 및 G 는 각각 원자 체적, 볼츠만 상수, 절대 온도 및 결정립 크기를 나타낸다. 또한, δ , D_v 및 D_b 는 입계 두께, 체적 확산 계수 및 입계 확산 계수를 나타낸다. 확산 유동에 대한 구성 방정식은 멱수 법칙 크리프의 구성 방정식의 지수 $n=1$ 인 경우와 같으므로 초기 치밀화 단계에서 확산 유동에 의한 크리프 변형률 속도는 식 (11)과 멱수 법칙 크리프 변형률 속도식 (9)로부터 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon}_m = \frac{14\sigma\Omega}{kTG^2} \left[D_v + \frac{\pi\delta D_b}{G} \right] \dot{\epsilon} \frac{27\pi}{16\sqrt{3}} \left(\frac{D-D_0}{1-D_0} \right)^{1/2} \\ \times \left[\frac{(1-D_0)}{3D^2(D-D_0)} \right]^n \left[\left(\frac{|\sigma_m|}{\sigma_0} \right)^{\frac{n+1}{n}} + \left(\frac{2\sigma_e}{3\sigma_0} \right)^{n+\frac{1}{n}} \right]^{n-1} \\ \left[\left(\frac{|\sigma_m|}{\sigma_0} \right)^{\frac{1}{n}} (\text{sign} \sigma_m) \frac{\delta_{ij}}{3} + \left(\frac{2\sigma_e}{3\sigma_0} \right)^{\frac{1}{n}} \frac{S_{ij}}{\sigma_e} \right] \end{aligned} \quad (12)$$

또한, 말기 치밀화 단계에서 확산 유동에 의한 크리프 변형률 속도는 식 (11)과 멱수 법칙 크리프 변형률

속도식 (10)으로부터 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \frac{14\sigma\Omega}{kTG^2} \left[D + \frac{\pi\delta D_b}{G} \right] \left[\left(\frac{2-D}{D} \right) \frac{3}{2} s_{ij} + \left(\frac{3}{2} \right)^2 \frac{1-D}{D} \frac{1}{3} \sigma_m \delta_{ij} \right] \quad (13)$$

4. 실험결과와 고찰

공구강 분말 성형체의 상압 소결, 일축 압축 소결 및 열간 등압 소결 등의 고온 치밀화 거동을 해석하기 위하여 Abouaf 등^{1,3)}의 구성 모델과 McMeeking 등^{4,5,7)}의 구성 모델들을 ABAQUS¹⁷⁾의 사용자 정의 서브루틴인 CREEP에 적용하였다.

열간 등압 소결 공정을 통해 제조된 공구강 모재를 사용하여 고온 인장 크리프 실험을 수행하였으며, Fig. 2는 고온 인장 크리프 실험을 통해 얻은 800°C, 900°C 및 1000°C에서의 변형률 속도와 응력의 관계를 나타낸다. 고온 인장 크리프 실험에서 구한 멱수 법칙 크리프 상수들은 Table 2에 나타내었다.

Abouaf 등^{1,3)}의 구성 모델에 사용된 f와 c는 Dellis 등¹⁸⁾의 실험 결과로부터 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$f(D) = 0.16 \left(\frac{1-D}{D-0.69} \right) \quad (14)$$

$$c(D) = 1 + 5.23 \left(\frac{1-D}{D-0.69} \right)^{0.914} \quad (15)$$

McMeeking 등^{4,5,7)}의 구성 모델을 유한 요소 해석에 적용할 때, 치밀화의 초기 단계와 말기 단계의 전환점인 상대 밀도 D=0.9에서 크리프 변형률 속도의 연속성을 위하여 초기 단계와 말기 단계 사이에 천이 구간을 고려하였으며, 천이 구간에서의 크리프 포텐셜 Ω는 식 (16)을 사용하여 구하였다.¹⁹⁾

$$\Omega = \frac{D_2 - D}{D_2 - D_1} \Omega_1 + \frac{D - D_1}{D_2 - D_1} \Omega_2 \quad (16)$$

여기서 Ω₁과 Ω₂는 각각 초기 단계와 말기 단계에서의 크리프 포텐셜이며, D₁과 D₂는 각각 천이 구간이 시작되는 상대 밀도와 천이 구간이 끝나는 상대 밀도를 나타낸다. 본 논문에서는 D₁=0.8과 D₂=0.9를 사용하였다.²⁰⁾ 또한, 구성 모델중 확산 유동에 대해 사용된 재료 상수들은 Li 등²¹⁾이 제안한 값들을 사용하였으며 Table 3에 나타내었다.

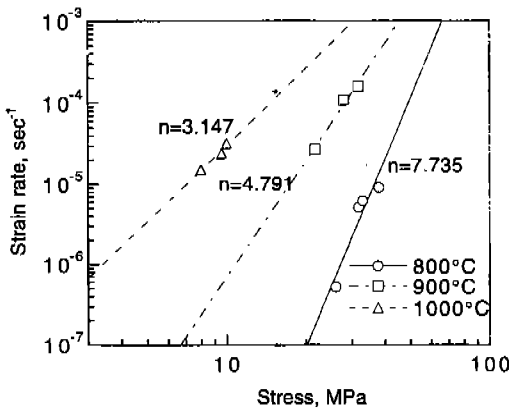


Fig. 2. Logarithmic strain rate vs. logarithmic stress for fully densified D7 tool steel in tensile creep.

Table 2. Creep Properties of D7 Tool Steel Powder

Temp. (°C)	Exp.	Dorn Const. [MPa,sec]
800	7.74	8.22 × 10 ⁻¹⁸
900	4.79	9.12 × 10 ⁻¹¹
1000	3.15	2.13 × 10 ⁻⁸

Table 3. Diffusional Flow Properties of D7 Tool Steel Powder²¹⁾

Volume Diffusion const. (D _v)	2.8 × 10 ⁻¹⁰ m ² /s
Vol. Diff. Activation energy	477 kJ/mol
Boundary Diff. Const. (δD _b)	8.6 × 10 ⁻¹⁰ m ³ /s
Boun. Diff. Activation energy	419 kJ/mol

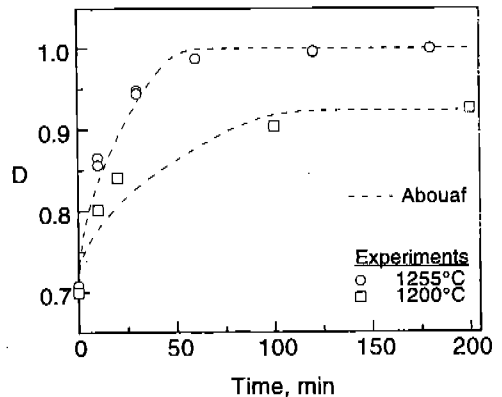


Fig. 3. Variations of relative density with time for D7 tool steel powder compacts during pressureless sintering at 1200°C and 1255°C.

4.1. 상압 소결

Fig. 3은 1200 °C와 1255 °C의 소결 온도에서의 소결 시간에 따른 상대 밀도 변화의 실험치와 계산치를 나타낸다. 상압 소결의 상대 밀도 계산을 위해 Abouaf 등^{1,3)}의 구성 모델 중 식 (4)를 사용하였다.

식 (4)에서의 소결 포텐셜은 식 (17)로부터 구할 수 있다.²⁰⁾ 즉,

$$\sigma_s = \frac{2\gamma}{r} \tag{17}$$

여기서 γ 는 자유 표면 에너지(1.2 J/m²)이며, r 은 기공의 반경을 나타낸다. 본 논문에서 사용된 공구강 분말의 경우 기공 반경을 고려할 때 $\sigma_s=0.6-1.2$ MPa의

값을 가지므로 그 중간 값으로 실험치를 잘 예측하는 $\sigma_s=1$ MPa 을 사용하였다.

Fig. 4는 1200 °C와 1255 °C의 소결 온도에서 소결 시간에 따른 결정립 크기의 실험치와 계산치의 비교를 나타낸다. 식 (6)에서 사용된 계수 m 과 k 는 상압 소결에서의 실험치를 곡선 적합(curve fitting) 하여 구하였다.

4.2. 일축 압축 소결

Fig. 5는 일축 압축 소결의 유한 요소 해석에 사용된 유한 요소 격자와 경계 조건을 나타내며 사용된 요소¹⁷⁾는 CAX8R (8-node biquadratic, reduced integration element)이며, 총 100개의 요소가 사용되었다. x축에 대한 대칭 조건과 y축에 대한 축대칭 조건으로부터 전체 단면의 1/4에 대해서만 해석을 수행하였다. 분말 성형체와 압반 사이의 마찰의 영향을 고려하여 마찰 계수 $\mu=0.3$ 을 사용하였다.²²⁾

Fig. 6은 1000 °C에서 19.4 MPa과 23 MPa의 일축 응력으로 각각 압축 소결한 공구강 시편의 시간에 따른 상대 밀도의 실험치와 Abouaf 등^{1,3)}의 구성 모델(점선)과 McMeeking 등^{4,5,7)}의 구성 모델(일점 쇄선)에 의한 계산치를 나타낸다. 여기서 실험치(o)는 초기 압축 응력 19.4 MPa, 초기 결정립 크기 19.83 μ m 및 초기 상대 밀도 $D_i=0.730$ 일 때이며 실험치(□)는 초기 압축 응력 23 MPa, 초기 결정립 크기 20.55 μ m 및 초기 상대 밀도 $D_i=0.735$ 일 때이다. Abouaf 등^{1,3)}

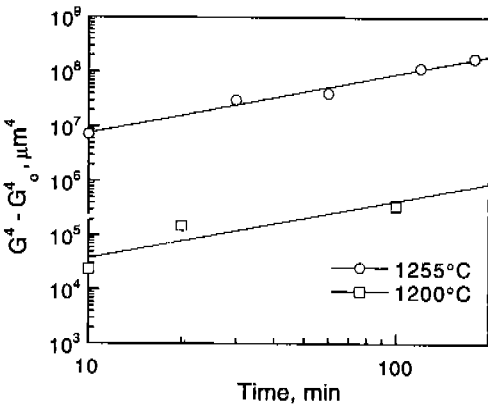


Fig. 4. Variations of grain size with time during pressureless sintering at 1200 °C and 1255 °C.

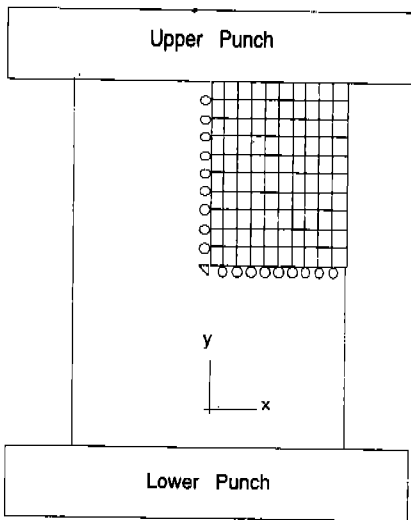


Fig. 5. Finite element meshes and boundary conditions for sinter forging of D7 tool steel powder compact.

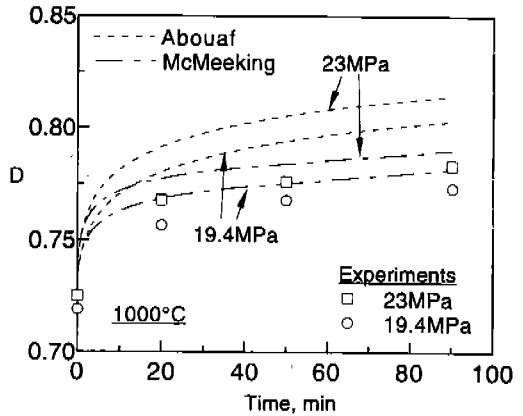


Fig. 6. Comparisons between experimental data and finite element calculations by the model of Abouaf et al. and that of McMeeking et al. for the variation of relative density with time for D7 tool steel powder compacts during sinter forging at 1000 °C.

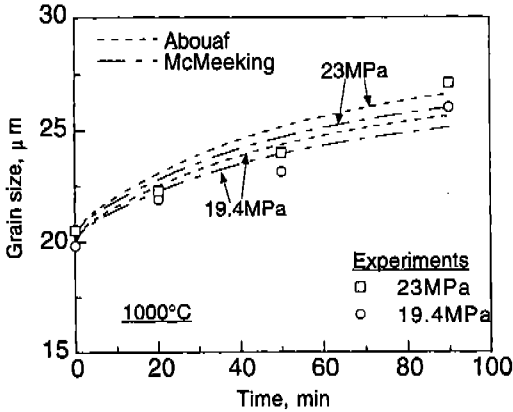


Fig. 7. Comparisons between experimental data and finite element calculations by the model of Abouaf *et al.* and that of McMeeking *et al.* for the variation of grain size with time for D7 tool steel powder compacts during sinter forging at 1000 °C.

의 구성 모델에 의한 계산치와 McMeeking 등^{4,5,7)}의 구성 모델에 의한 계산치는 실험치를 다소 높게 예측하고 있음을 알 수 있다.

Fig. 7은 1000 °C에서 19.4 MPa과 23 MPa의 일축 응력으로 각각 압축 소결한 공구강 시편의 시간에 따른 결정립 크기의 변화를 나타내는 실험치와 유한 요소 해석에 의한 계산치와의 비교를 나타낸다. 계산치는 일축 압축 소결에 대한 결정립 성장 속도 모델인 식 (7)을 유한 요소 해석에 적용하여 구하였다. 계산치는 실험치를 비교적 잘 예측함을 알 수 있다.

Fig. 8 (a), (b) 및 (c)는 각각 1000 °C에서 일축 응력 19.4 MPa로 압축 소결한 경우 유지 시간이 20분이 경과한 시편 내부의 상대 밀도 분포에 대한 실험 결과와 Abouaf 등^{1,3)}의 구성 모델과 McMeeking 등^{4,5,7)}의 구성 모델에 의한 유한 요소 해석 결과이며, 점선으로 나타낸 부분은 유지 시간 20분이 경과한 시편의 1/4 단면에 해당되는 실험치이다. 상대 밀도에 대한 실험치는 변형된 시편의 단면에 대해 유한 요소 격자를 만든 후 격자 내부의 적분점에 대해 경도값을 얻은 후 이를 상대 밀도로 환산하여 구하였다. 경도값은 Rockwell 경도 실험으로부터 구하였다.

실험치와 계산치로부터 모서리 부분의 상대 밀도가 가장 높으며 외력이 가해지지 않은 시편 중앙 옆면의 자유 표면 부근의 상대 밀도가 가장 낮음을 알 수 있다. 이는 압반과 성형체가 접촉하는 부분에는 성형체

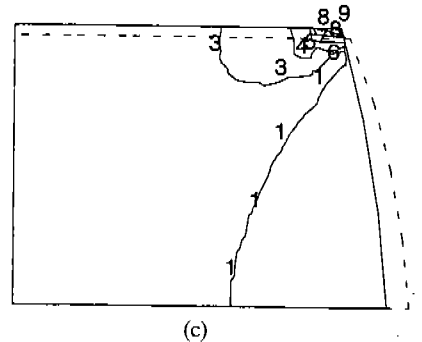
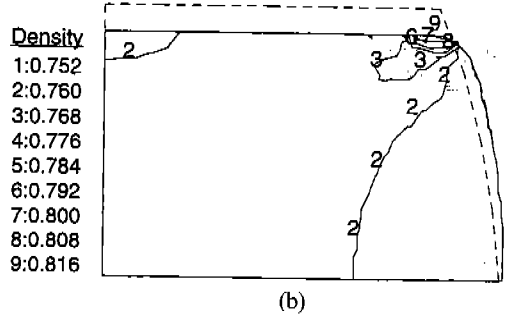
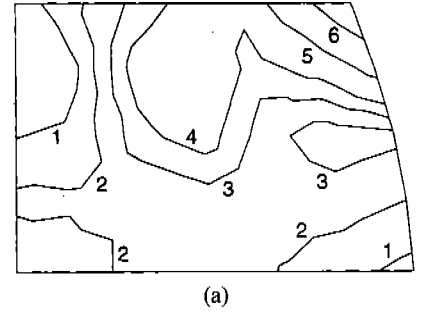


Fig. 8. Comparisons between (a) experimental data and finite element calculations by (b) the model of Abouaf *et al.* and (c) that of McMeeking *et al.* for relative density contour plot of D7 tool steel powder compacts after 20 min during sinter forging at 1000 °C under 19.4 MPa.

가 반지름 방향으로의 변형이 자유롭지 못해 상대 밀도가 높게 발생하며 시편 중앙의 자유 표면 부근에는 배불림(barrelling) 현상으로 상대 밀도가 비교적 낮은 값을 나타낸다.²²⁾ 한편, 변형된 형상에 대한 실험 결과와 유한 요소 해석의 결과로부터 축방향 변형률에 대해 Abouaf 등^{1,3)}의 구성 모델에 의한 해석 결과는 실험치보다 큰 변형이 일어났으며 McMeeking 등^{4,5,7)}의 구성 모델에 의한 해석 결과는 실험치보다 작은 변형이 일어났음을 알 수 있다.

Fig. 9 (a), (b) 및 (c)는 각각 1000 °C에서 19.4 MPa

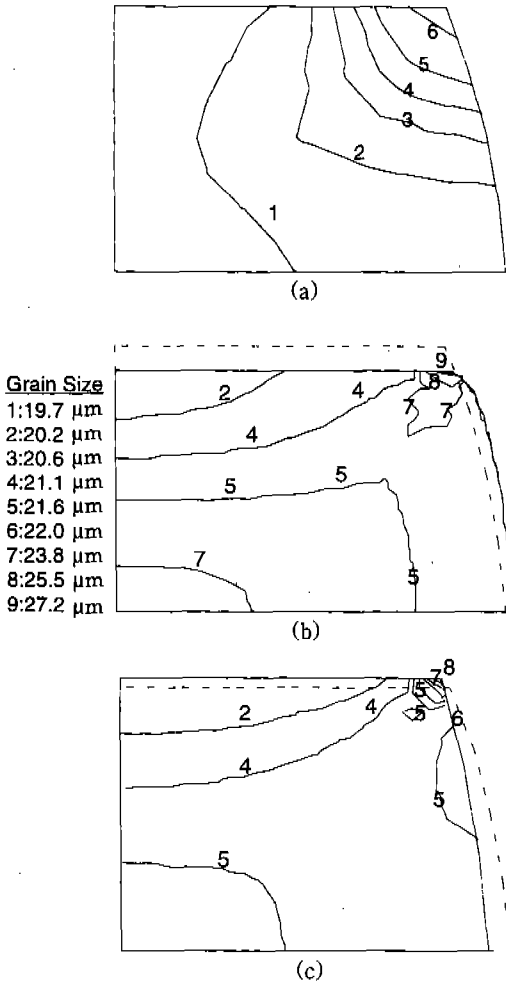


Fig. 9. Comparisons between (a) experimental data and finite element calculations by (b) the model of Abouaf *et al.* and (c) that of McMeeking *et al.* for grain size contour plot of D7 tool steel powder compacts after 20 min during sinter forging at 1000 °C under 19.4 MPa.

로 일축 압축 소결한 경우 유지 시간이 20분이 경과한 시편 내부의 결정립 크기 분포에 대한 실험 결과와 Abouaf 등^{1,3)}의 구성 모델 및 McMeeking 등^{4,5,7)}의 구성 모델에 의한 유한 요소 해석 결과이다. 결정립 크기 분포에 대한 실험치 역시 변형된 시편의 단면에 대한 유한 요소 격자 내부의 적분점에 대해 SEM 사진을 통하여 결정립 크기를 측정하였다. 계산치는 실험치를 비교적 잘 예측함을 알 수 있으며, 모서리 부분에서 가장 큰 결정립 크기가 발생했음을 알 수 있다. 모서리 부분에서 결정립 크기가 비교적 큰 이유는 압 반과 성형체 사이에서 발생된 편차 응력 성분에 기인

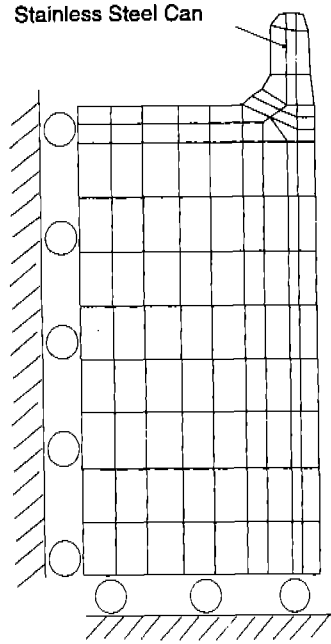


Fig. 10. Finite element meshes and boundary conditions for hot isostatic pressing of D7 tool steel powder compact.

하며 식 (7)으로부터 결정립 성장 속도는 Mises 응력의 (N+1) 제곱에 비례하는 것을 알 수 있다.

4.3 열간 등압 소결

Fig. 10은 열간 등압 소결 공정을 유한 요소 해석에 적용한 경계 조건과 유한 요소 격자를 나타내며 사용된 요소¹⁷⁾는 CAX4T (4-node axisymmetric thermally coupled quadrilateral, bilinear displacement and temperature)이며, 총 102개의 요소가 사용되었다.

본 연구의 열간 등압 소결 공정에서는 압력이 실험

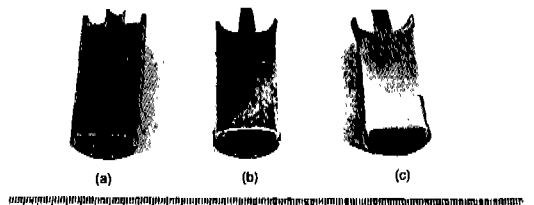


Fig. 11. Cross sections of D7 tool steel powder compacts in stainless steel container during hot isostatic pressing at 1000 °C and 30 MPa; (a) initial shape and after (b) 0 min and (c) 240 min.

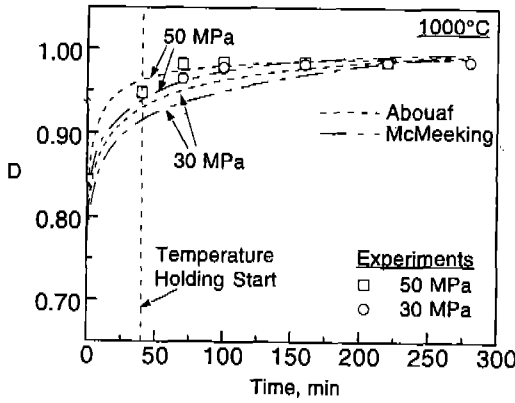


Fig. 12. Comparisons between experimental data and finite element calculations by the model of Abouaf *et al.* and that of McMeeking *et al.* for the variation of relative density with time for D7 tool steel powder compacts during hot isostatic pressing at 1000 °C under 30 MPa and 50 MPa.

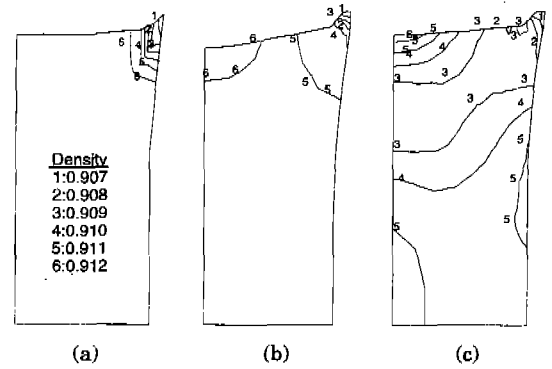


Fig. 13. Comparisons between (a) experimental data and finite element calculations by (b) the model of Abouaf *et al.* and (c) that of McMeeking *et al.* the relative density contour plot for D7 tool steel powder compacts after 20 min during hot isostatic pressing at 1000 °C under 30 MPa.

조건에 도달하고 온도가 실험 조건에 도달하기 전에 이미 치밀화와 변형이 일어나며 이는 Fig. 11을 통해서 확인할 수 있다. Fig. 11 (a)는 열간 등압 소결을 위해 준비된 시편을 나타내며 Fig. 11 (b)는 1000 °C에서 30 MPa로 열간 등압 소결시 유지 시간 0분이 경과된 시편의 단면을 나타낸다. 이 두 시편에서 볼 때 온도와 압력이 성형 조건에 도달하기 전에 변형이 일어나는 것을 알 수 있으며 이를 유한 요소 해석에 적용하기 위해서 온도 조건이 1000 °C인 경우 압력이 실험 조건에 도달했을 때의 온도와 상대 밀도를 측정하였다. 이 때의 온도와 상대 밀도는 각각 600 °C와 0.72이며, 열간 등압 소결 공정의 유한 요소 해석의 시작점으로 설정하였다.

Fig. 12는 1000 °C에서 각각 30 MPa과 50 MPa의 압력으로 열간 등압 소결한 공구강 시편의 시간에 따른 상대 밀도 변화의 실험치와 Abouaf 등^{1,3)}의 구성 모델(접선)과 McMeeking 등^{4,5,7)}의 구성 모델(일점 쇄선)에 의한 계산치를 나타낸다. 여기서 실험치(o)는 정수 응력 30 MPa, 유지 시간 0분일 때 결정립 크기 13.12 μm와 상대 밀도 $D_r=0.912$ 인 경우이며 실험치(□)는 정수 응력 50 MPa, 유지 시간 0분일 때 결정립 크기 13.35 μm와 상대 밀도 $D_r=0.943$ 인 경우이다. Abouaf 등^{1,3)}의 구성 모델과 McMeeking 등^{4,5,7)}의 구성 모델에 의한 계산치들은 실험치들을 비교적 잘 예측하고 있음을 알 수 있다.

Fig. 13 (a), (b) 및 (c)는 각각 1000 °C에서 30 MPa

로 열간 등압 소결한 공구강 시편의 20분 경과 후 공구강 분말 성형체 내부의 상대 밀도 분포에 대한 실험 결과와 Abouaf 등^{1,3)}의 구성 모델 및 McMeeking 등^{4,5,7)}의 구성 모델에 의한 유한 요소 해석 결과를 각각 나타낸다. 용기의 영향으로 인하여 상대 밀도 분포가 성형체의 모서리 부분에서 가장 낮은 분포를 보임을 알 수 있다. 이는 열간 등압 소결 중에 시편에 가해진 압력은 정수압이나 실제로 용기 내부의 분말 성형체에 가해지는 응력 상태는 분말을 밀봉하고 있는 용기의 영향으로 인하여 순수한 정수 응력 상태가

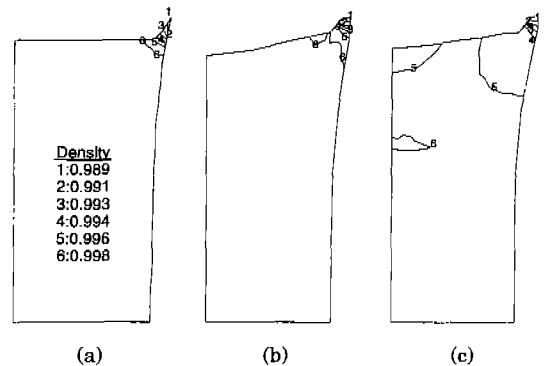


Fig. 14. Comparisons between (a) experimental data and finite element calculations by (b) the model of Abouaf *et al.* and (c) that of McMeeking *et al.* for relative density contour plot for D7 tool steel powder compacts after 240 min during hot isostatic pressing at 1000 °C under 30 MPa.

아니며 편차 응력 성분도 함께 존재하기 때문이다.²³⁾

Fig. 14 (a), (b) 및 (c)는 각각 1000°C에서 30 MPa로 240분간 열간 등압 소결한 공구강 시편의 상대 밀도 분포의 실험 결과와 Abouaf 등^{1,3)}의 구성 모델 및 McMeeking 등^{4,5,7)}의 구성 모델에 의한 유한 요소 해석의 결과를 각각 나타낸다. 계산치와 실험치 모두 분말 성형체 내부의 상대 밀도가 거의 일정하게 이론 밀도에 도달했음을 알 수 있으나 모서리 부분에서 예리한 상대 밀도 구배가 발생함을 알 수 있다.

5. 결 론

본 연구에서는 공구강 분말의 치밀화 거동에 관하여 상압 소결, 일축 압축 소결 및 열간 등압 소결 등의 실험적 연구를 수행하였다. 또한, Abouaf 등^{1,3)}의 구성 모델과 McMeeking 등^{4,5,7)}의 구성 모델을 유한 요소 해석에 적용하여 실험치와 비교 연구를 수행하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

(1) 일축 압축 소결시 Abouaf 등^{1,3)}의 구성 모델에 의한 유한 요소 해석 결과는 실험치를 다소 높게 예측하였으나, McMeeking 등^{4,5,7)}의 구성 모델에 의한 계산치는 실험치보다 낮게 예측하였다.

(2) 일축 압축 소결시 압반과 분말 성형체 사이의 마찰 영향으로 인해 모서리 부분에서 가장 큰 상대 밀도와 결정립 크기 분포를 나타내었다.

(3) 일축 압축 소결과 열간 등압 소결 실험을 통하여 결정립 크기를 측정된 결과 열간 등압 소결에 의한 결정립 크기는 일축 압축 소결에 의한 결정립 크기에 비해 작음을 알 수 있었다.

(4) 열간 등압 소결시 구성 모델에 의한 계산치는 실험치를 비교적 잘 예측함을 알 수 있었으며, 용기의 영향으로 인해 모서리 부분에서 가장 낮은 상대 밀도 분포를 보였다.

후 기

본 논문은 한국과학재단 부산대 정밀 정형 및 금형 가공 연구센터에서 지원된 연구비(94K3-0907-01-05-3)로 수행되었으며 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. J. Besson and M. Abouaf: *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**(8) (1992) 2165.
2. M. Igharo and J. V. Wood: *Powder Metall.*, **33**(4) (1990) 313.
3. M. Abouaf, J. L. Chenot, G. Raison and P. Bauduin: *Int. J. Num. Meth. Engng.*, **25** (1988) 191.
4. L. T. Kuhn and R. M. McMeeking: *Int. J. Mech. Sci.*, **34**(7) (1992) 563.
5. P. Sofronis and R.M. McMeeking: *J. Appl. Mech.*, **5** (1992) s88.
6. M. C. Song, H. G. Kim and K. T. Kim: *Int. J. Mech. Sci.*, **38**(11) (1996) 1197.
7. H. J. Frost and M. F. Ashby: *Deformation Mechanism Maps, the Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*, Pergamon Press (1982).
8. C. Herring: *J. Appl. Phys.*, **21** (1950) 437.
9. R. L. Coble: *J. Appl. Phys.*, **34**(6) (1963) 1679.
10. J. H. Kim, D. B. Han and K. T. Kim: *Materials Science and Engineering*, **A212** (1996) 87.
11. K. R. Venkatachari and R. Raj: *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**(2) (1986) 135.
12. J. Besson and A. G. Evans: *Acta metall. mater.*, **40**(9) (1992) 2247.
13. J. Besson and M. Abouaf: *Materials Science and Engineering*, **A109** (1989) 37.
14. A. S. Helle, K. E. Esterling and M. F. Ashby: *Acta metall. mater.*, **33**(12) (1985) 2163.
15. D. S. Wilkinson and M. F. Ashby: *Acta metall. mater.*, **23** (1975) 1277.
16. A.C.F. Cocks: *J. Mech. Phys. Solids.*, **37**(6) (1989) 693.
17. ABAQUS User Manual, Hibbit, Karlsson and Sorensen, Ver. 5.5 (1996).
18. C. Dellis, F. Bernier, O. Bouaziz, R. Baccino and F. Moret: private communication (1996).
19. N. A. Fleck, L. T. Kuhn and R. M. McMeeking: *J. Mech. Phys. Solids.*, **40**(5) (1992) 1139.
20. M. F. Ashby: *HIP Background Reading 6.0*, University of Cambridge, Cambridge (1990).
21. W. B. Li, M. F. Ashby and K. E. Easterling: *Acta metall. mater.*, **35**(12) (1987) 2831.
22. S. Kobayashi and S. I. Oh: *Metal Forming and The Finite Element Method*, Oxford University Press (1989).
23. J. Xu and R. M. McMeeking: *Int. J. Mech. Sci.*, **34**(2) (1992) 167.