

열간정수압압축 시 확산기구 및 Power-law 크립기구를 고려한 분말 치밀화거동의 모델링

김형섭

충남대학교 금속공학과

Modelling the Densification Behaviour of Powders Considering Diffusion and Power-Law Creep Mechanisms during Hot Isostatic Pressing

Hyung Seop Kim

Department of Metallurgical Engineering, Chungnam National University,

Taejon 305-764, Korea,

(Received June 6, 2000)

Abstract In order to analyze the densification behaviour of stainless steel powder compacts during hot isostatic pressing (HIP) at elevated temperatures, a power-law creep constitutive model based on the plastic deformation theory for porous materials was applied to the densification. Various densification mechanisms including interparticle boundary diffusion, grain boundary diffusion and lattice diffusion mechanisms were incorporated in the constitutive model, as well. The power-law creep model in conjunction with various diffusion models was applied to the HIP process of 316L stainless steel powder compacts under 50 and 100 MPa at 1125 °C. The results of the calculations were verified using literature data. It could be found that the contribution of the diffusional mechanisms is not significant under the current process conditions.

1. 서 론

분말재료를 고온에서 치밀화시킬 경우 압축응력의 도움에 의하여 치밀화가 현저히 촉진되므로, 가압에 의한 고온소결법은 분말야금과 소결체의 부품제조 공정에 많이 이용되고 있다. 이러한 고온에서의 가압치밀화법에는 열간정수압압축법 (Hot Isostatic Pressing, HIP)과 소결단조법 (Sinter Forging)이 대표적으로 이용되며, 가압에 의하여 부품의 치수정밀도와 밀도, 강도의 증진 효과가 있다. 성공적인 가압치밀화 공정을 위해서는 온도, 가공속도, 압력 등의 공정변수와 금형 형상, 윤활, 초기밀도 등의 설계변수를 적절히 조절하는 것이 대단히 중요하다. 이들 공정변수와 설계변수들은 실험적인 연구와 더불어 이론적인 접근법을 동시에 활용할 때 최적화될 수 있다.

HIP 공정을 이용한 금속과 세라믹 분말의 고형화

(consolidation) 또는 치밀화 (densification) 거동은 최근에 많은 실험적^{1,2)} 이론적²⁻¹¹⁾ 연구의 많은 관심 대상이 되고 있다. 이의 대표적인 이론적인 해석법이 Ashby의 치밀화기구지도 (Densification Mechanism Map, HIP diagram)¹²⁾로서 공정온도, 압력, 시간 등의 공정변수 설정에 많이 이용되고 있으나, 실제문제로서 대두되는 복잡한 형상, 불균질한 밀도분포, 온도분포, 마찰, 재료 물성의 비선형성, 용기효과 등을 고려할 수 있는 유한요소법이 더 많은 정보를 제공한다.

분말성형공정에서 정형가공 및 재료 성질을 조절하기 위해서 압분체의 형상과 밀도분포를 정확히 예측할 수 있는 압분공정의 이론적인 모사는 매우 중요한 역할을 한다. 분말성형 공정과 분말재료의 이론적인 변형거동 해석에 사용되는 연속체 역학의 첫 단계는 재료의 변형거동을 잘 기술할 수 있는 구성방정

식 (constitutive equation)의 확립이다. Nohara 등³⁾은 고온에서 다공질 초합금 (superalloy)의 치밀화 거동을 해석하기 위하여 상온의 치밀화 거동에 널리 사용되는 Shima와 Oyane의 항복식⁴⁾을 이용하였다. Abouaf 등⁵⁾은 power-law 크립과 열전도 해석을 실시하여 고온에서 금속 분말의 치밀화 거동을 위한 구성 모델을 제안하였다. Kim과 Jeon^{6, 7)}은 무기압 소결법과 소결단조 시 스테인레스강의 치밀화 거동을 실험과 이론적으로 연구하였는데, 수정된 Abouaf 등의 구성 모델⁴⁾과 McMeeking 등의 구성모델^{8, 9)}을 사용하여 HIP 공정을 연구하였다. Kim과 Jeon에 의하면, McMeeking 등의 모델은 HIP 공정에서 실험과 잘 일치하지만 소결단조의 경우에는 잘 일치하지 않는 결과를 얻었다. 반면에, Abouaf 등의 모델은 HIP 공정과 소결단조 모두에서 좋은 일치를 보였다.

Shima와 Oyane의 항복함수는 현상학적인 소성 항복 모델에 기초한 이론이고, McMeeking 등의 모델은 중공구 (hollow sphere) 모델을 고려한 분말 자체의 변형해석에 기초한 모델이고, Abouaf 등의 모델은 현상학적인 소성 이론의 확장 모델이다. Abouaf 등의 모델⁵⁾을 수정한 Kim과 Jeon의 모델이 실험과 좋은 일치를 보였고 McMeeking 등의 모델의 결과가 실제와 많은 차이를 보이는 것으로 보아, 분말 각각의 해석에 기초하였지만 전체계에 대해서는 확립되지 않은 중공구 모델에 기초한 구성 모델보다는 현상학적인 소성항복 함수에 기초한 구성 모델을 시도하는 쪽이 현재의 이론적 수준에서는 더 가능성이 있어 보인다.

HIP 공정의 거시적 모델링을 위해서, Kim과 Lee¹³⁾는 최근에 Lee와 Kim의 현상학적인 소성항복 모델¹¹⁾에 power-law 크립 기구를 결합시켜, 낮은 압력이 공정에서 초기단계에서의 낮은 치밀화 속도를 제외하고는 316L 스테인레스강의 실험결과와 잘 일치하는 좋은 결과를 얻었다. 낮은 압력의 초기단계에서 실험결과보다 낮은 치밀화 속도를 보이는 이유 중의 하나는 그 모델에서 power-law 크립을 제외한 다른 치밀화 기구들, 즉 입내확산, 입계확산, 입자간확산을 무시했기 때문일 수도 있다. 그림 1에 316L 스테인레스강에 대해 HIP 프로그램¹⁴⁾을 이용하여 계산한 Ashby의 치밀화기구지도도를 나타내었다. Ashby의 치밀화기구지도도에 의하면 실험조건에서의 주 치밀화기구는 power-law 크립이다. 그러나 주 치밀화기구가

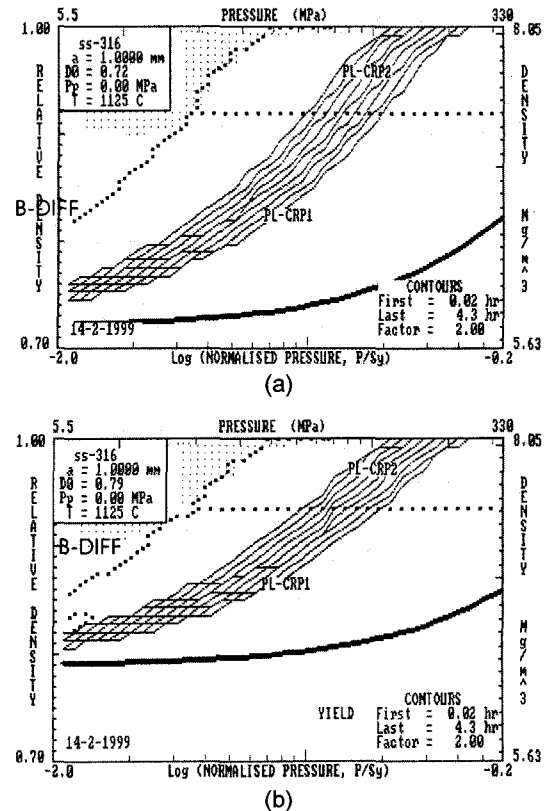


Fig. 1. Pressure/density HIP map for 316L stainless steel powder compacts. Legend: a, particle size, D0; initial relative density; Pp, initial pore pressure; T, temperature at which map is calculated; YIELD, plastic yielding; B-DIFF(1S or 2S), surface-tension driven by boundary diffusion from neck boundary stage 1 or 2; PL-CRIP(1 or 2), pressure densification by power-law creep stage 1 or 2 [12]. (a) Initial relative density is 0.72 and (b) initial relative density is 0.79.

power-law 크립이라고 해서 다른 치밀화기구가 작용하지 않는다는 것을 의미하지는 않는다. 따라서, 주 치밀화기구만을 고려하기 보다는 오히려 모든 가능한 치밀화기구를 고려하여 각 치밀화기구의 상대적인 기여도를 고찰하는 것도 매우 중요하다.

이 연구에서는 최근의 저자에 의해 제안된 분말의 치밀화해석을 위한 구성모델에 power-law 크립 기구 뿐 아니라 결정립계확산 기구, 결정립내확산 기구, 입자간계확산 기구를 고려한 이론적인 해석을 실시하여, Kim과 Jeon의 스테인레스강에 대한 HIP공정 실험결과⁶⁾와 제안한 구성 모델을 사용한 수치계산 결과를 비교, 고찰하고자 한다.

2. 구성모델

많은 연구자들에 의하여 제안된 소성 항복식의 일반적인 꼴은 다음 식 (1)과 같다.

$$AJ_2 + BJ_1^2 = \eta\sigma_s^2 = \sigma_{eq}^2 \quad (1)$$

여기서 J_1 과 J_2 은 각각 1차응력불변량과 2차편차응력불변량이다. σ_{eq} 은 다공질 재료의 겉보기 항복응력, 는 비다공질인 기준 재료의 항복응력이다. 다공질 재료의 항복응력과 비다공질 금속의 항복응력의 비인 η 는 '기하학적 경화' 또는 '치밀화 경화'라 불리고 상대밀도 R 의 함수이다. A 와 B 는 상대밀도의 함수이다. 다공질 금속에 대하여 제안된 여러 가지 항복 모델은 참고문헌 [11]에 잘 정리되어 있다.

식 (1)에서 A 와 B 의 값에 있어서 몇 가지의 제약이 있다. 즉, 재료의 상대밀도가 1에 접근하면 비다공질인 von Mises 재료가 되는 것이므로 A 는 3에, B 는 0으로 수렴해야 한다. 또한, 식 (1)은 1축 하중 조건일 경우를 만족시켜야 하므로 A 와 B 는 상호관계가 있다. 즉, σ_{11} 의 1축 응력 상태에서, $J_1 = \sigma_{11}$, $J_2 = \sigma_{11}^2/3$, $\sigma_{eq} = \sigma_{11}$ 이 된다. 이들을 식 (1)에 대입하면,

$$A = 2 + R^2, B = \frac{1 - R^2}{3} \quad (2)$$

여기서, R 은 상대밀도이다. 이 연구에서는 식 (1)의 거동 따르는 재료의 변형을 결정하기 위해서 점소성 포텐셜을 사용한다. 또한, 비다공질 재료의 소성이론에서 사용되는 응력벡터의 직교성을 가정한다면,

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon}_{ij} &= \frac{\partial \Omega}{\partial \sigma_{ij}} = \frac{\partial \Omega}{\partial \sigma_{eq}} \frac{\partial \Omega_{ij}}{\partial \sigma_{ij}} \\ &= \frac{\partial \Omega}{\partial \sigma_{eq}} \frac{1}{\sigma_{eq}} \left[\frac{A}{2} S_{ij} + B \sigma_{kk} \delta_{ij} \right] \end{aligned} \quad (3)$$

여기서 $s_{ij} (= \partial J_2 / \partial \sigma_{ij})$ 는 편차응력, $\delta_{ij} (= \partial J_1 / \partial \sigma_{ij})$ 는 크로네커델타이다.

유효응력 σ_{eq} 에 해당하는 유효변형률속도 $\dot{\epsilon}_{eq}$ 는 단위부피 당 점소성 power w 가 다공질 재료와 비다공질 재료에서 같다고 보면 구해진다. 즉,

$$w = \sigma_{ij} \dot{\epsilon}_{ij} = R \sigma_{eq} \dot{\epsilon}_{eq} \quad (4)$$

식 (3), (4)와, $s_{ij} s_{ij} = 2J_2$, $\delta_{ij} \delta_{ij} = 3$ 의 관계를 이용하면

$$\frac{\partial \Omega}{\partial \sigma} = R \dot{\epsilon}_{eq} \quad (5)$$

식 (5)로부터 식 (3)을 다음 식 (6)과 같이 쓸 수 있다.

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \frac{R \dot{\epsilon}_{eq}}{\sigma_{eq}} \left[\frac{A}{2} S_{ij} + B \sigma_{kk} \delta_{ij} \right] \quad (6)$$

완전 치밀한 재료의 일축 인장압축으로부터 점소성 치밀화거동을 기술하는 일반적인 power-law 관계식은 다음과 같이 얻어진다.

$$\dot{\epsilon}_{eq,pl} = \dot{\epsilon}_0 (\sigma_{eq} / \sigma_0)^n \quad (7)$$

위에서 매개변수 $\dot{\epsilon}_0$, σ_0 , n 은 주어진 응력과 온도 영역에서 우세한 변형 기구에 따라 달라진다. 치밀화와 크립변형의 기구가 같다면, $\dot{\epsilon}_{eq,pl}$ 와 σ_{eq} 는 치밀한 재료의 크립법칙, 식 (7)로 관계지어진다.

식 (6)과 치밀한 비다공질 재료의 크립법칙, 식 (7)과 식 (2)를 결합시키면, 다음의 식 (8)이 된다.

$$\dot{\epsilon}_{ij,pl} = \frac{R \dot{\epsilon}_0 \sigma_{eq}^{n-1}}{\sigma_{eq}} \left[\frac{2 + R^2}{2} S_{ij} + \frac{1 - R^2}{3} \sigma_{kk} \delta_{ij} \right] \quad (8)$$

HIP 공정에서 시편의 모서리 효과와 다른 불균일을 무시하면, 정수압 P 를 가할 때에 발생하는 응력과 변형률의 성분은 다음과 같다.

$$\sigma_{11} = \sigma_{22} = \sigma_{33} = -P, \sigma_{12} = \sigma_{23} = \sigma_{31} = 0 \quad (9)$$

$$\epsilon_{11} = \epsilon_{22} = \epsilon_{33} = \epsilon, \epsilon_{12} = \epsilon_{32} = \epsilon_{13} = 0 \quad (10)$$

이므로, 식 (8)은 다음과 같이 된다.

$$\dot{\epsilon}_{pl} = \frac{R \dot{\epsilon}_0 \sigma_{eq}^{n-1}}{\sigma_0^n} \left[\frac{1 - R^2}{3} (-P) \right] \quad (11)$$

식 (11)은 상대밀도 R , 압력 P , 변형률속도 $\dot{\epsilon}$ 가 상호 연계된 1차원 시간의존 비선형방정식이므로, 오일러법으로 풀 수 있다. 또 한가지 주목할 점은, 식 (11)은 A 항을 포함하고 있지 않다는 사실이다.

변형률을 알게 되면, 밀도의 계산은 다음의 다공질 재료의 질량보존식을 이용하여 계산한다.

$$dR_p / R = -\dot{\epsilon}_v = -(\dot{\epsilon}_{11} + \dot{\epsilon}_{22} + \dot{\epsilon}_{33}) = -3\dot{\epsilon}_{pl} \quad (12)$$

여기서 R_0 와 R 은 변형 전과 후의 상대밀도이고 l_i 과 $l_i + \Delta l_i$ 은 x_i 축 방향으로의 변형 전과 후의 길이, ϵ_i 는 부피변형률이다. 식 (12)로 표현되는 상대밀도 R 의 변형률 의존거동은 항복조건이 변형 중 진화됨을 의미한다.

또한, 본 연구에서는 분말의 치밀화기구로서 power-law크립과 더불어 입자간확산, 결정립계확산, 결정립내확산을 고려하였는데, 이들 치밀화기구의 밀도증분 관계식을 표 1에 요약하여 나타내었다.

위에서 R_0 는 압분체의 초기상대밀도, δD_b 는 결정립계확산계수와 결정립계두께의 곱, D_v 는 부피확산계수, r 는 분말입자의 반지름, k 는 볼츠만상수, T 는 절대온도, Ω 는 원자의 부피이다.

3. 계 산

저자가 기존에 제안한 power-law 구성 모델과 표 1에 나타난 여러 가지 확산크립기구식을 사용하여 문헌 [6]의 316L 스테인레스강 분말 압분체의 HIP 공정 시 치밀화 거동을 해석하였다. Kim과 Jeon의 실험에 의한 316L 분말에 대한 크립 매개변수⁶⁾는, 변형률속도의 단위를 s^{-1} , 응력의 단위를 MPa로 하면 $n=2.02$, $\dot{\epsilon}_0/\sigma_0^2 = 4.98 \times 10^{-7}$ 이다. HIP 공정의 온도는 1125°C이다. 압분체의 초기밀도는 압력이 50 MPa일

경우 0.72, 압력이 100 MPa일 경우 0.79이다. 또한 Kim과 Jeon의 실험관찰에 의하면 분말재료의 조대한 분말입도 (115 μm)때문에 무기압 소결 시에는 치밀화가 거의 발생하지 않았다.

확산크립의 계산에 사용된 물성값들은 참고문헌 [12]에서 인용하였다. 한 가지 알 수 없는 물성값은 분말입자의 지름 G 인데, 이 값을 입자크기 100 μm 의 기체분사법으로 제조된 스테인레스강의 2차수지상관간격이 1 μm 라는 보고¹⁵⁾가 있으므로, 본 계산에서도 $G=1 \mu m$ 로 선택하였다.

여러 치밀화기구에 의한 총밀도의 증가율 (\dot{R})는, 매 계산 단계에서 각 치밀화기구에 의한 각각의 밀도 증분율의 합으로 계산하여 구하였다. 즉,

$$\dot{R} = \dot{R}_{pl} + \dot{R}_{ld} + \dot{R}_{bd} + \dot{R}_{pd} \quad (13)$$

위에서, 하첨자 pl, ld, bd, pd 는 각각 power-law크립 기구, 입내확산 기구, 입계확산 기구, 분말입자간확산 기구를 나타낸다.

4. 결과 및 고찰

그림 2는 316L 스테인레스강 분말에 대하여 1125°C에서 (a) 50 MPa과 (b) 100 MPa의 압력으로 HIP 공정을 수행한 결과의 상대밀도 변화를 보였다.

Table 1. Densification rate equation by various mechanisms¹²⁾.

Mechanism	Rate equation	Condition
Interparticle boundary diffusion	$\dot{R} = 43 \frac{(1-R_0)^2 \delta D_b + r D_v}{(R-R_0)^2 k T r^3} \Omega P$	$R < 0.9$
	$\dot{R} = 54 \frac{\Omega (\delta D_b + r D_v)_5}{k T r^3} \sqrt{1-RP}$	$R > 0.9$
Grain boundary diffusion	$\dot{R} = 24.9 \frac{\Omega}{k T G^2} (R^2 R_0)^{1/3} \frac{1}{\sqrt{3}} \left(\frac{R-R_0}{1-R_0} \right) \frac{\pi \delta D_b P (1-R_0)}{G R^2 (R-R_0)}$	$R < 0.9$
	$\dot{R} = 31.5 \frac{\Omega}{k T G^2} (1-R) \frac{\pi \delta D_b P}{G}$	$R > 0.9$
Lattice diffusion	$\dot{R} = 24.9 \frac{\Omega}{k T G^2} (R^2 R_0)^{1/3} \frac{1}{\sqrt{3}} \left(\frac{R-R_0}{1-R_0} \right)^{1/2} D_v \frac{P(1-R_0)}{R^2 (R-R_0)}$	$R < 0.9$
	$\dot{R} = 31.5 \frac{\Omega}{k T G^2} (1-R) D_v \frac{P(1-R_0)}{R^2 (R-R_0)}$	$R > 0.9$

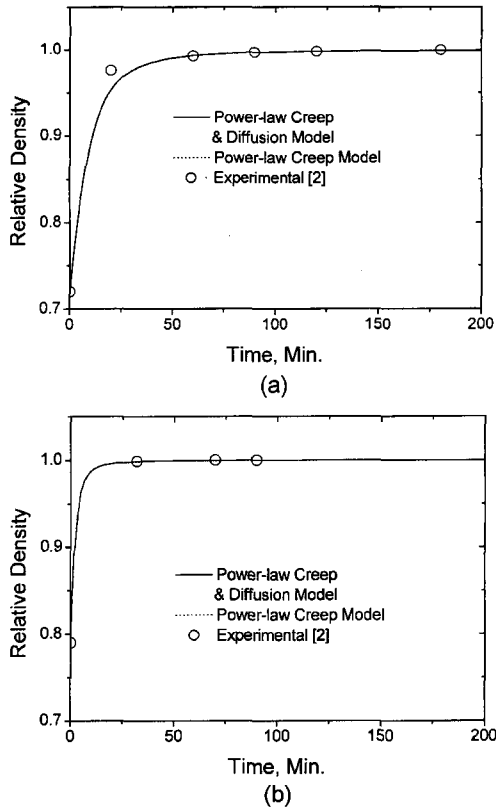


Fig. 2. Comparison of calculated and experimental relative densities in 316 stainless steel powder compact deformed under (a) 50 and (b) 100 MPa during HIP at 1125 °C.

원형표시는 실험결과이고, 실선은 여러 치밀화 기구를 모두 고려한 이론적인 해석의 결과, 점선은 power-law 크립만을 고려하여 계산한 해석결과이다. (a)의 50MPa의 압력에서 power-law 크립만을 고려한 계산결과가 확산기구들도 고려하여 계산한 결과와 거의 일치한다. 즉, 1125°C에서 316L 스테인레스강 분말의 HIP 공정에서는 확산기구는 전체적인 치밀화에 기여가 거의 없음을 의미한다. 가압력이 증가하면 power-law 크립 기구의 기여도가 다른 확산기구의 기여보다 더욱 증가하므로 (b)의 100 MPa의 압력에서도 확산기구를 고려한 계산결과는 power-law 크립 기구만을 계산한 결과와 거의 같음을 알 수 있다. 실험결과와 계산결과는 대체로 잘 일치하였다. 전체 치밀화 양에 미치는 각 치밀화 기구들의 기여도를 그림 3에 나타내었다. 50 MPa의 압력에서도 power-law 크립 기구에 의한 치밀화속도는 확산기구에

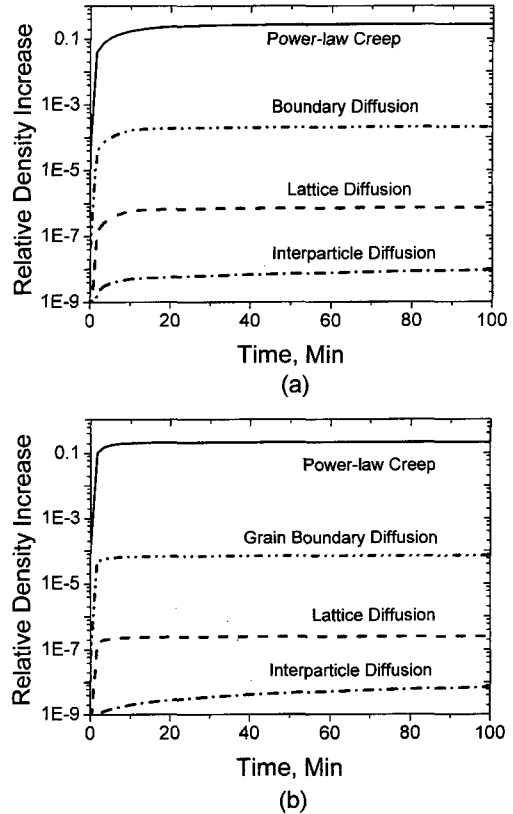


Fig. 3. Theoretical densification contributions (i.e. relative density increase) by power-law creep, volumetric (lattice) diffusion, grain boundary diffusion and interparticle diffusion mechanisms with time in 316L stainless steel powder compact deformed under (a) 50 and (b) 100 MPa during HIP at 1125 °C.

의한 치밀화속도보다 1000배 이상 빠르며, 100 MPa의 가압력에서는 확산기구의 기여도가 더욱 작아진다. 확산기구 중에서는 결정립계 확산에 의한 치밀화가 결정립내확산속도보다 더 빠른데 이는 1μm로 설정한 미세한 결정립도 (2차수지상팔각경계) 때문으로 볼 수 있다. 보다 정밀한 고찰을 위해서는 HIP 공정 시 용기효과, 초기와 치밀화 시 국부적인 밀도 불균일 효과, 증력 효과¹⁶⁾ 등을 고려한 유한요소해석이 필요하고 이를 현재 진행 중에 있다.

5. 결 론

고온에서 압력에 의존하는 분말압축 시 치밀화 거동을 기술하기 위하여 power-law 크립, 결정립내확산,

결정립계 확산, 분말입자간 확산을 고려한 구성 모델을 개발하였다. 이 모델은 다공질 재료의 소성변형 이론에 기초한다. 질량 보존법칙을 이용하여 치밀화 중의 상대밀도 진화효과를 고려하였다. 제안된 power-law 크립 및 확산모델을 1125°C에서 50 MPa과 100 MPa을 가한 HIP 공정에서 316L 스테인레스강 분말의 치밀화 거동 해석에 적용하였다. 계산된 상대밀도-시간 결과는 문헌의 결과와 잘 일치하였다. 본 계산의 조건에서는 확산기구들은 power-law 크립에 비하여 무시할 만 함을 알 수 있었다.

참고문헌

1. P. Matteazzi and F. Wolf : Mater. Sci. Eng. **A248** (1998) 19.
2. S. Bhattacharya, K. Jakusi and I. Grosse : J. Mater. Sci. **32** (1997) 6183.
3. A. Nohara, T. Nakagawa, T. Soh and T. Shinke : Int. J. Numer. Methods Eng. **25** (1998) 213.
4. S. Shima and M. Oyane : Int. J. Mech. Sci. **18** (1976) 285.
5. M. Abouaf, J. L. Chenot, G. Raison and P. Baudin : Int. J. Numer. Methods Eng. **25** (1988) 191.
6. K. T. Kim and Y. C. Jeon : Mater. Sci. Eng. **A245** (1998) 64.
7. K. T. Kim and Y. C. Jeon : Acta Mater. **46** (1998) 5745.
8. L. T. Kuhn and R. M. McMeeking : Int. J. Mech. Sci. **34** (1992) 563.
9. P. Sofronis and R. M. McMeeking : J. App. Mech. **59** (1992) s88.
10. S. M. Doraivelu, H. L. Gegel, J. S. Gunasekera, J. C. Matala and J. T. Morgan : Int. J. Mech. Sci. (1984) 527.
11. D. N. Lee and H. S. Kim : Powder Metall. **35** (1992) 275.
12. H. J. Frost and M. F. Ashby : Deformation mechanisms maps, The plasticity and creep of metals and ceramics, Pergamon Press, Oxford, 1982, 62.
13. H. S. Kim and D. N. Lee : Mater. Sci. Eng., **A271** (1999) 424.
14. M. F. Ashby : "HIP6.1" Software and operating manual, Cambridge University, Engineering Department, 1990.
15. J. E. Flinn, G. E. Korth and R. N. Wright : Proceedings of structural metals by rapidly solidification, F. H. Froes and S. J. Savage ed., ASM International, Orlando, 1987, 459.
16. J. Liu., Y. Liu, A. Lal and R. M. German, Scripta Mater. **40** (1999) 1221.