

Fe 합금의 고온 반응용 성형가공

김 세 광, 신 창 훈, 홍 태 환, 유 호 균*, 김 구 동*, 김 영 직

성균관대학교 금속재료공학부

* 한국 CAD/CAM 서비스

1. 서론

신재료, 신소재 개발에 대한 필요성이 증대되는 가운데, 종래의 가공법, 즉 완전 고체상태를 취급하는 소성가공 또는 액체상태에서의 주조가공으로는 이들 요구를 만족시킬 수 없게 되었다. 이에 고액 공존상태에서 금속 Slurry의 Thixotropic 성질을 이용하는 반응용 성형가공에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다^[1-7].

반응용 성형가공은 주로 Al이나 Mg등 저융점 합금에 대한 연구가 활발히 진행 중에 있으며^[3,4,7,8], Fe 합금에 대해서는 편석제어 및 Thin Slab을 제조하기 위하여 반응고 연속주조(Semi-Solid Continuous Casting)에 대한 연구가 철강회사를 중심으로 진행 중에 있으나^[9-11], Stainless강^[12-13], 공구강^[14] 등에 적용이 가능하고 제품의 형상 및 특성에 따라 반응용 주조(Thixocasting) 및 반응용 단조(Thixoforging) 기술을 적용할 수 있는 반응용 성형가공에 관해서는 미국, 일본을 중심으로 기초연구가 일부 시도되고 있는 실정이다.

Fe계 합금 등 고융점 합금의 반응용 성형공정 개발을 위해서는 기존 기술의 연장선에서 이루어지는 반응용 원소재 제조기술 개발, 반응용 Slurry의 조직제어 및 유연학적 특성평가, 고온 반응용 성형용 Ceramic Mould 제조기술 확보 및 고온 반응용 성형가공 장치 개발에 관한 연구가 필요하며, 이에 Fe 합금의 고온 반응용 성형가공기술의 확립을 목적으로, 본 연구실을 중심으로 수행해온

- ① 합금공구강 D2와 고속도공구강 M2에 대하여 소정의 반응용 온도에서 조직전개 과정을 통한 반응용 Slurry의 조직제어
- ② 적정강도 및 고온 통기도를 갖는 Ceramic Mould(이하 CM) 제조
- ③ 고온 반응용 성형장치 개발 및 System 구축

에 대하여 몇 가지 결과를 요약 소개하고자 한다.

2. D2 합금공구강 및 M2 고속도공구강의 반응용 조직제어

반응고 성형가공은 응고과정 중 기계적 교반, Passive 교반, 전자기적 교반에 의하여 비수지상 조직의 금속 Slurry를 제조하고 직접 최종제품을 제조하는 성형방법으로, 전단변형속도와 냉각속도에 따른 점도 및 변형응력 변화와의 상관관계, 고상율, 고상입자의 형상 및 분

포 등에 따른 Slurry의 점도변화와 더불어 고상의 파괴, 성장, 구형화 및 합체 기구에 대한 규명에 주목하고 있다.

이와 달리, 반응용 성형가공은 상기의 교반법 이외에 변형 및 재결정에 의한 SIMA(Strain Induced Melt Activation)법, 결정립 미세화법, Spray Forming법, 급속응고법 등 여러 방법에 의하여 반응용 성형가공을 위한 Billet을 제조하고, 적당한 길이의 Slug으로 절단 후 소정의 반응용 온도로 재가열 하여 최종제품을 제조하는 성형방법이며, 반응용 성형가공의 핵심 요소기술인 반응용 Slurry의 조직제어를 위해서는 재가열 과정에서의 액화기구, 입내/입계 액상을 변화, 용질원소 재분배와 성장 및 합체에 따른 고상형상 변화, Ostwald Ripening 및 Coalescence에 따른 고상입자의 Coarsening기구, 또한 이에 미치는 용질분포, 결정입도, 변형률의 영향에 대한 규명이 중요하다.

본 연구에서는 잉고트로 제조되고 1443K으로 재가열하여 열간압연 후 구상화소둔 처리된 합금공구강인 D2(SKD11)와 고속도공구강인 M2(SKH51)에 대하여 엄밀한 온도제어가 가능하도록 고안된 SiC Tube Furnace(그림 1)를 사용하여 소정의 반응용 온도인 1573, 1593, 1613K에서 유지시간을 0~3600초로 변화하며 반응용 조직제어 실험을 행하였다. 반응용 조직제어 실험시 시편의 산화방지를 위해서, 진공 및 불활성가스유입 후 Quartz Tube를 봉하였다. 반응용 성형가공을 위해서는 시편을 소정의 반응용 온도에서 가능한 단시간에 처리하는 것이 바람직 하지만, 너무 빠른 승온 및 짧은 유지시간에서는 시편 전체에 균질한 반응용 조직을 얻기가 어려우며, 더욱이 강의 경우는 열변형 및 변태에 의해 수축이 발생하기 쉽기 때문에, Thermal Strain을 고려한 823K 부근과 변태에 의한 수축을 고려한 변태점 직하의 온도에서 2단계 예열을 하였으며, 1523K부터 승온속도를 조절하여 시편 전체에 균질한 반응용 조직을 얻고자 하였다. 반응용 처리 후 각 시편은 Quartz Tube와 함께 수냉 또는 유냉 하였으며, 연마와 5% Nital 수용액에 의한 Etching 후, 광학현미경과 Image Analyzer(Image-Pro Plus)를 통하여 고상의 형상 및 액상을 변화과정을 측정하였다.

일반적인 주조재 및 결정립미세화재의 경우에는 온도의 상승에 따라 고경각 결정입계 및 용질 편석부 등에서 부분용융이 선택적으로 일어나며, 온도의 상승과 유지시간이 증가함에 따라 수지상 가지의 합체(Coalescence)와 이후 고 곡률반경 영역에서 저 곡률반경 영역으로의 용질확산에 의한 고상입자의 구형화(Globularization)가 진행하게 된다^[15]. 그러나 응고 후 열간압연 및 구상화소둔 처리된 D2와 M2의 경우에는 일반적인 주조재의 경우와는 달리 유지초기부터 어느 정도 구형화된 고상입자가 나타나며, 유지시간의 증가에 따라 Gibbs-Thomson 효과에 의한 Ostwald Ripening과 1800초 이후 합체에 의한 조대화 기구가 주요하게 작용함을 알 수 있다. 부분용융 전 고상형상 변화의 보다 정확한 고찰을 위해서는 승온과정 중 RPM(Recrystallization and Partial Melting)과 $\alpha \rightarrow \gamma$ 의 상변태 및 액화(Liquefaction)에 대한 계통적인 연구가 필요하다고 생각한다.

그림 2~7에 D2, M2 각각에 대하여 반응용 온도와 유지시간에 따른 액상률, 고상입자의

평균입도 및 단위면적당 고상입자 수의 변화를 나타내었다. D2의 경우 유지시간이 증가함에 따라 액상율은 감소하며, 3600초 이후에는 동일한 액상율에 근접함을 알 수 있다. 유지시간에 따른 액상율의 감소는 용질이동에 따라 액상율이 평형에 근접하기 때문이라 생각되나, 3600초 이후의 현상은 현재 해석, 고찰과 실험에 의한 재검증이 진행 중에 있다. M2의 경우 1573K에서만 유지시간의 증가에 따라 액상율이 감소하며, 1593과 1613K에서는 일정한 액상율을 나타내며, 온도의 증가에 따라 액상율이 다소 증가하였다. 이는 D2에 비하여 M2의 경우 보다 빨리 평형^[16] - 소정의 반응용 온도에서, 용질 재분배에 의한 고/액 계면에서의 용질 분포의 평형 및 이에 따른 액상율의 평형 - 에 도달하기 때문이라 생각하며, 평균입도 및 단위시간당 고상입자 수의 변화 결과와 함께 이해될 수 있다.

반응용 상태에서 소정의 온도에서 0초 유지한 고상입자의 초기 평균입도는 D2에 비해 M2가 미세하며, 온도의 증가에 따라 M2의 평균입도는 증가하나 D2의 경우 오히려 감소하였다. 반응용 온도의 증가에 따라 온도에 도달하는 승온시간이 증가하며, 즉, 조대화할 수 있는 시간이 증가하지만 D2의 경우는 온도에 따른 초기 액상율의 증가에 의해 오히려 초기 고상입자 평균입도는 감소하였으며, 유지시간의 증가에 따라 모든 온도에서 동일하게 조대화하였다. 고상의 조대화는 유지시간에 좌우되나, 엄밀한 조대화 기구에 대한 고찰을 위해서는 온도의 증가에 따라 반응용에 의한 액상율 증가를 고려한 해석이 필요하다고 생각한다.

1613K에서 3600초 유지된 D2의 경우 평균입도 $89.3\mu\text{m}$ 인 고상입자의 단위면적당 수는 72개이며, 동일한 조건에서 M2의 경우 평균입도가 $70.1\mu\text{m}$ 인 고상입자가 단위면적당 27개 존재하였다. 평균입도가 적음에도 불구하고 단위면적당 고상입자가 적은 것은 D2에 비하여 M2의 경우 고상입자의 입도 평균편차가 현저하게 작기 때문이다.

그림 8에 구상화소둔과 반응용 처리 후 각각에 대한 D2, M2의 경도값(HRC)을 나타내었다. 반응용 처리 후 D2의 경도값은 구상화소둔 후에 비하여 향상되었으나 규격치인 HRC 54~61^[17]에는 크게 못 미치며, 이와 달리 M2의 경우 반응용 처리를 통하여 규격치인 HRC 60~63^[17]을 얻을 수 있었다. 적용을 고려한 반응용 성형가공체의 보다 엄밀한 특성평가가 필요하지만, 이상의 조직제어 결과와 경도측정을 통하여 D2에 비하여 M2가 반응용 성형가공에 보다 적합함을 알 수 있으며, 조성에 대한 충분한 고찰을 통하여 반응용 성형용 합금설계가 필요하다고 생각한다.

3. 고온 반응용 성형가공용 CM 제조

고온 반응용 성형가공에 있어서 주형 재료의 선택 및 주형 제조기술의 확립은 기초기반 기술로써 선행 연구되어야 하며, 1523K 이상에서의 고온 안정성 및 경제성 등을 고려할 때 정밀주조법(Investment Casting)에 의한 CM 제조법이 적합하다고 생각된다.

영국의 Sheffield 대학에서는 Spray Forming에 의해 제조된 LM25(Al7Si0.5Mg) Al합금 및 15vol%SiCp/LM25 Al복합재료의 반응용 성형가공^[18]을 위한 Die 제조기술로써 Lost Wax법에

의한 CM 제조기술^[19]이 활발히 연구 중에 있으며, 생산량이 적으면서도 복잡한 형상의 제품의 Near-Net Shape 및 Rapid Prototyping에 있어서 금형(Metal Die)에 대한 CM의 이점을 두고 있다.

고온 반응용 성형가공을 위한 CM로는 고온 안정성이 높으며 값싸고 Machining에 의해서 쉽게 성형할 수 있는 Graphite Mould가 적합하지만, 강도가 낮기 때문에 얇은 부분이나 복잡한 형상의 성형이 어렵고 Graphite의 높은 열전도도에 의하여 미충전냉각(Premature Freezing)이 발생하는 등, 문제점이 지적되고 있다.

일반적으로 CM가 갖추어야 할 기본적인 조건으로는 성형성, 강도, 통기도, 붕괴성^[20] 등이 있으며, 고온 반응용 성형가공을 위해서는 기본적인 조건에 더하여 중력정밀주조에 비해 높은 가압력을 견딜 수 있는 압축 및 굽힘 강도, 수축과 열팽창성을 고려한 치수 정밀도 및 고온 통기성 확보가 중요하다. 상기의 조건은 적절한 세라믹 재료의 선택과 아울러 소성과정 중 세라믹과의 공정반응에 의하여 유리질(Glassy Phase)을 형성함으로써 강도 및 치수정밀도 등을 저하하는 점토(Clay), Phosphates, Silicates 등의 결합제(Binder)의 사용을 배제함으로써 확보될 수 있다.

본 연구에서는 고온 반응용 성형가공용 CM의 기본적 조건을 만족하며, 예비소성(Pre-firing)의 이점과 고온 통기성을 확보할 수 있는 Ethanol계 결합제의 선정과, 결합제와의 산·알카리 중화적정에 의하여 성형성의 향상 및 건조시간을 단축할 수 있는 경화제(Strengtheners)의 선정을 통하여 최적의 CM을 제조하고자 하였다. CM의 제작은 그림 9와 같이, RP(Rapid Prototype) 장치를 이용하거나 CNC 장치를 이용하여 만든 Master Pattern 또는 Mock-Up Pattern을 잘 복사할 수 있는 Silicon 주형을 만들고, Master Pattern 또는 Silicon 주형에 세라믹 Slurry를 주입하여 제작하였다. CM 제작의 주요변수는 세라믹의 미분대 조분 비율, 세라믹/결합제/경화제의 비율, 진공소성(Vacuum Curing) 여부 및 소성온도와 소성시간이었다.

주성분이 Alumina인 세라믹과 적절한 결합제와 경화제의 선택 및 제조변수의 최적화를 통하여 충분한 압축강도 및 고온 통기도를 갖는 CM을 제조할 수 있었으며, 2.5×5×25mm Subsize 시편의 3점 굽힘시험 결과 2.5mm의 두께에서도 25MPa이상의 굽힘강도를 얻을 수 있었다. 그림 10에 Test용 CM를 나타내었다.

4. 고온 반응용 성형장치

고온 반응용 성형장치가 가져야 하는 주요 기능은 ①Slug의 산화방지를 위한 진공 및 가스 혼입이 가능한 분위기 제어 가능성, ②Slug의 급속/균일 가열을 위한 직접 및 간접 유도 가열 System, ③변속/변압이 자유롭고 위치 제어가 가능한 유압 System 및 ④유도가열 및 유압 System의 실시간 제어기술(Realtime Control)로 요약될 수 있다.

본 연구실에서 자체 제작한 고온 반응용 성형장치를 그림 11과 12에 나타내었다. 본 장

치의 주요 구성부위는 하부의 유압실린더, 중간의 Main Chamber, 상부의 Mould Chamber 및 Main Chamber내의 이탈착이 가능한 직접·간접 유도가열 System과 Sleeve로 구분할 수 있으며, 중요한 특징으로는

- 분위기 제어 및 Mould의 온도 조절
- 고주파 유도가열용 Ferrite Shielding Sleeve
- PAM(Pulse Amplitude Modulation) 방식의 저주파 유도가열 장비
- 3채널 변속/변압 System 및 유압실린더의 위치제어
- Computer에 의한 유도가열과 유압의 제어 및 압력, 속도, 위치, 온도 등에 관한 정보 처리

등이 있다.

한편, 본 장치의 유압 System은 등속/등압 조건에서 LVDT(Linear Variable Differential Transformer)형의 위치제어기(Displacement Transducer)와 유압 Sensor를 이용하여 속도 및 속도변화와 압력에 따른 반응용 Slurry의 유변학적 특성평가가 가능하도록 설계되어 있다.

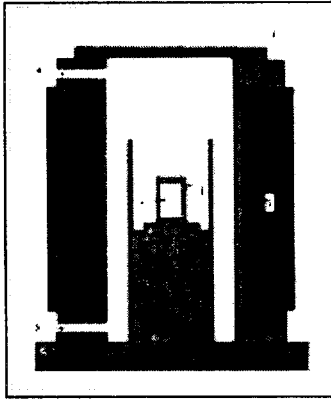
5. 결론

Fe 합금의 고온 반응용 성형가공기술의 확립을 목적으로 합금공구강 D2와 고속도공구강 M2에 대하여 소정의 반응용 온도에서 등온유지에 따른 조직전개 과정을 통한 반응용 Slurry의 조직제어, 적정강도 및 통기도를 갖는 CM제조, 고온 반응용 성형장치 개발 및 System 구축에 대하여 연구한 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

- (1) 응고 후 열간압연 및 구상화소둔 처리된 D2와 M2의 경우 일반적인 주조재와는 달리 유지초기 구형화된 고상입자가 나타나며, 유지시간의 증가에 따라 Gibbs-Thomson 효과에 의한 Ostwald Ripening과 1800초 이후 합체에 의한 조대화 기구가 주요하게 작용함을 알 수 있었다.
- (2) D2, M2 각각에 대하여 반응용 온도와 유지시간에 따른 액상율, 고상입자의 평균입도 및 단위면적에 대한 고상입자 수의 변화를 관찰 결과와 경도측정을 통하여 D2에 비하여 M2가 반응용 성형가공에 보다 적합한 합금임을 알 수 있었다.
- (3) 주성분이 Alumina인 세라믹과 적절한 결합제와 경화제의 선택 및 제조변수의 최적화를 통하여 충분한 압축강도 및 고온 통기도를 갖는 CM을 제조할 수 있었으며, $2.5 \times 5 \times 25\text{mm}$ Subsize 시편의 3점 굽힘시험 결과 2.5mm 의 두께에서도 25MPa 이상의 굽힘강도를 얻을 수 있었다.
- (4) 고온 반응용 성형장치가 가져야 하는 중요 기능을 만족하는 고온 반응용 성형장치를 설계·제작하였으며, 예비실험 결과, 균일한 온도제어 및 자중의 영향을 고려해야 함을 알 수 있었다.

6. 참고문헌

1. M.C.Flemings, the 1990 Edward Campbell Memorial Lecture, Metall. Trans. A, 22A(1991)957
2. P.W.Wilson, T.Z.Kattamis and Y.Shiohara, J. Mater. Sic., 23(1988)2282
3. S.Sannes, H.Gjestland and L.Amberg, Proc. of 2nd Int'l Conf. of Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, (1992)11
4. D.Ghosh, R.Fan and C.VanSchilt, Proc. of 3rd Int'l Conf. of Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, (1994)85
5. M.C.Flemings, Metall. Trans. B, 22b(1991)269
6. W.R.Lone and M.Suery, Mater. Sci. Eng. A, A203(1995)1
7. S.Sannes, H.Gjestland, L.Amberg and J.K.Solberg, Proc. of 3rd Int'l Conf. of Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, (1994)75
8. T.Z.Kattamis and T.J.Piccone, Mater. Sci. Eng. A, A131(1991)265
9. S.Tanaka, H.Takeuchi, H.Nakashima, K.Sasaki and K.Yamamoto, Proc. of 3rd Int'l Conf. of Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, (1994)327
10. N.Yoshida, Y.Murata, T.Moriya and C.Yoshida, Proc. of 3rd Int'l Conf. of Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, (1994)337
11. P.Naveau and S.Wilmotte, Proc. of 3rd Int'l Conf. of Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, (1994)361
12. K.P.Young and J.A.Chery, Metall. Trans. A, 17A(1986)2049
13. P.A.Joly, J. Mater. Sci., 11(1976)1393
14. P.Kapranos, D.H.Kirkwood and C.M.Sellars, Proc. of 4th Int'l Conf. of Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, (1996)306
15. S.K.Kim and Y.J.Kim, J. Korean Foundrymen's Soc., 17(1997)319
16. S.Morita and T.Tanaka, Trans. ISIJ, 23(1983)824
17. Metals Handbook 10th edition Vol 1, Ed. by J.R.Davis et al., ASM Int'l Materials Park, (1990)755
18. A.R.A.McLelland, P.R.G.Anderson, H.V.Atkinson and D.H.Kirkwood, Proc. of 4th Int'l Conf. of Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, (1996)274
19. D.H.kirkwood, European Patent, 0305375, (1988)
20. S.K.Kim, T.W.Hong, S.H.Lee and Y.J.Kim, J. korean Foundrymen's Soc., 19(1999)210



1. Quartz Tube 2. Sample 3. Furnace
4. Thermocouple 5. Vacuum & Gas Purging
Fig. 1 Schematic of SiC tube furnace

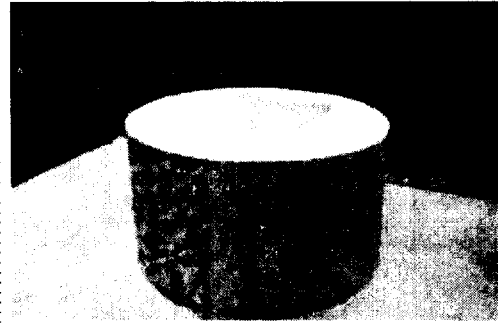


Fig. 10 Photograph of ceramic mould

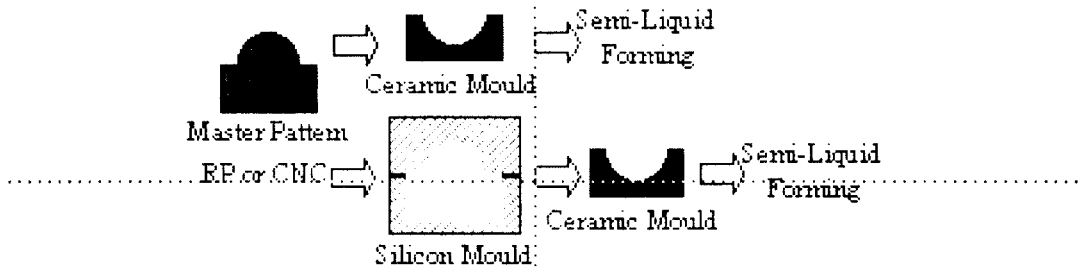


Fig. 9 Schematic procedure for ceramic mould manufacturing

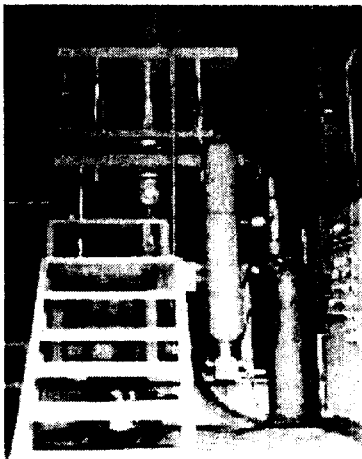


Fig. 11 Photograph of semi-liquid forming machine



Fig. 12 Photograph of main chamber

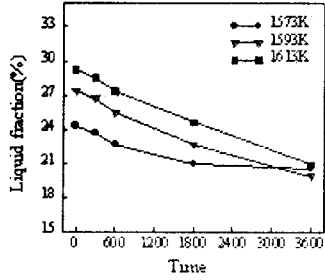


Fig. 2 The change of liquid fraction

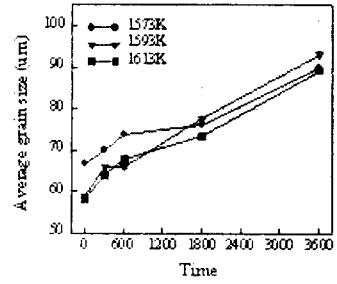


Fig. 3 The change of average grain size

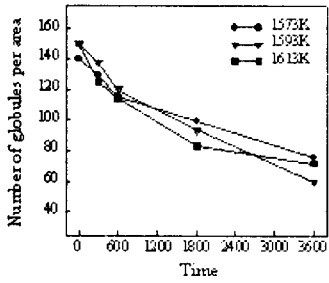


Fig. 4 The change of number of globules per area

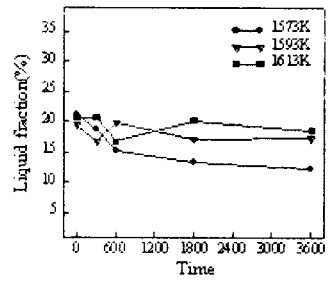


Fig. 5 The change of liquid fraction

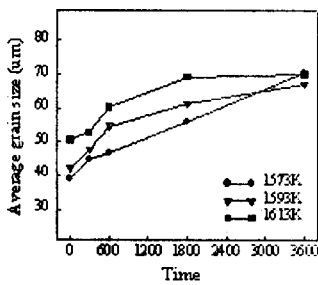


Fig. 6 The change of average grain size

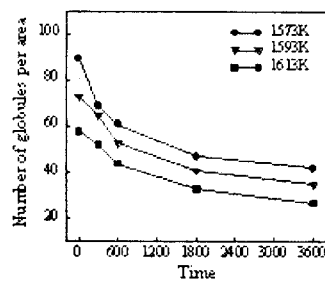


Fig. 7 The change of number of globules per area

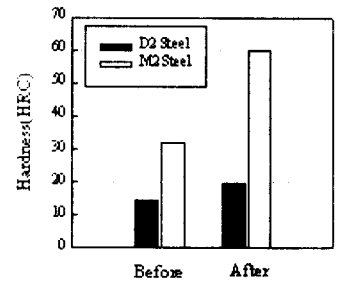


Fig. 8 The change of hardness value