

분말사출성형을 통해 제조된 소결체의 기공율에 따른 강도예측모델

성환진*·하태권*·안상호*·장영원**

A Model for the Relation between Strength and Porosity in Sintered Parts Produced by Powder Injection Molding Process

H-J Sung*, T.K. Ha*, S. Ahn*, and Y.W. Chang**

Abstract

In the present study, a new approach to predict the strength of sintered materials has been carried out and a new framework combining neck growth model and ideal pore model has been established based on the results of tensile tests on powder injection molded specimens with the various porosity. Powder injection molding (PIM) uses the shaping advantage of injection molding but is applicable to metals and ceramics. PIM delivers structural materials in a shaping technology previously restricted to polymers. 17-4 PH stainless steel powders with average diameters of 10 μm were injection-molded into flat tensile specimens sintered at the various temperatures ranging from 900 to 1350°C for 1h. The relationships between strength and porosity were applied to the experimental results and verified.

Key Words : Powder injection molding, Ultimate tensile strength, Porosity, 17-4 PH stainless steel, Strength-porosity prediction model.

1. 서론

분말야금에 의해 소결된 소결체의 가장 큰 특징 중의 하나는 소결체 내에 존재하는 기공이다. 분말사출성형의 경우 0.1-20 μm 내외의 미분을 사용하기 때문에 일반 분말야금에 비해 높은 밀도를 가지지만 액상 소결을 제외하고는 미세 기공이 존재하게 된다. 소결체에 존재하는 기

공은 하중을 지탱하는 단면적(load bearing cross section)의 감소와 응력집중 효과를 유발하고 균열 발생 site 장소로 작용해 정적/동적인 기계적 특성을 저하시킨다.[1, 2] 특히 연신율과 단면 감소율은 수 %의 기공에도 급격하게 감소한다. 그리고 기공을 가진 기공체의 기계적 특성은 기공의 양 즉, 기공율, 그리고 그 크기, 분포 및 형상에 크게 의존한다.

* 포항산업과학연구원 재료공정연구소

** 포항공과대학교 신소재공학과

이처럼 분말야금 소결체에서는 불가피한 기공이 기계적 특성에 미치는 영향에 관해서는 많은 연구가 오래 전부터 진행되었다.[3-6] 그러나 기존의 연구는 거의 대부분 일반 분말야금에 의한 소결체의 기계적 특성에 미치는 기공의 영향에 관한 연구이고 그림 1에 개념도로 나타낸 것과 같은 분말사출성형된 소결체의 기계적 특성에 미치는 기공의 영향에 관해서는 거의 연구가 이루어지지 않았다. 그리고 기존의 연구에서는 기공의 형상과 미세조직을 제어하기 어려워 체계적인 연구가 이루어지지 못했고, 특히 소결의 진행단계와 연계하여 기공의 형상과 미세조직을 고려한 연구가 이루어지지 못해 많은 한계를 나타내었다.

따라서 분말사출성형된 부품이 구조용 부품으로 사용되기 위해서는 분말사출성형된 소결체의 기계적 특성에 미치는 기공의 영향이 반드시 규명되어야 한다. 본 연구에서는 분말사출성형된 17-4PH STS의 기계적 특성에 미치는 기공의 영향을 조사하기 위해 분말사출성형된 17-4PH STS의 소결진행 과정을 고려하여 순수 기공율이 강도에 미치는 영향을 분석하고자 하였다.

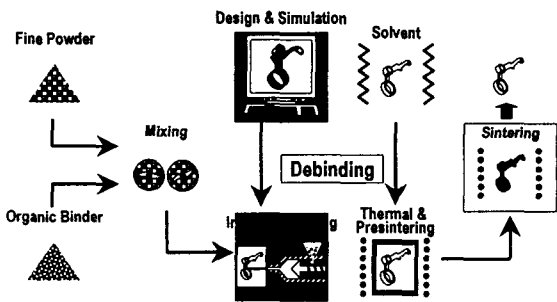


Fig. 1. Schematic diagram of powder injection molding process.

2. 실험 방법

2.1 분말특성

실험에 사용된 분말은 그림 2에 나타낸 것과 같이 고압수 분무법(high pressure water atomization)으로 제조된 미쯔비시금속사의 17-4 PH STS ($10\mu\text{m}$ grade)를 사용하였다. 분말의 입자 불규칙한 형상이었고, 입자의 크기 및 분포를 laser scattering (Cilas Alcatel 사, Granulometer 850) 법으로 측정된 결과, 입자의 크기는 평균 $10\mu\text{m}$ 였다.

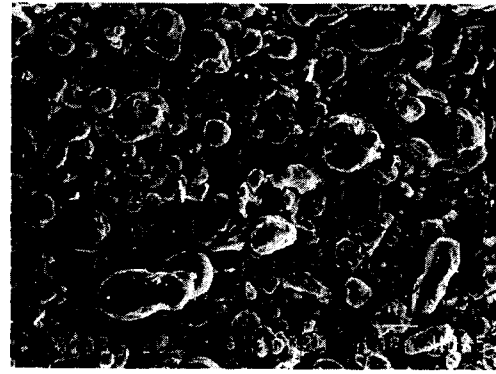


Fig. 2. The appearance of powder with $10\mu\text{m}$ -powder used in this study.

2.2 혼합체의 제조 및 사출성형

실험에 사용된 결합제는 열가소성 다성분계 고분자였으며 혼합체의 분말 충전율은 60 vol%이었으며 double planetary 혼합기를 사용하여 150°C 에서 1시간 혼합하였다. 혼합체는 사출성형이 용이하도록 냉각 후 파쇄하여 금형 체결력(clamping force)이 47톤인 사출성형기(Technoplus사, S2M-4780A)에서 표점 거리가 40mm인 평판형 인장시편(8W x 4T x 92.5L mm)으로 사출성형하였다. 사출성형 조건은 각각 노즐 온도 130°C , 사출압력 $300\text{kg}/\text{cm}^2$ 및 금형 온도는 35°C 로 하였다.

2.3 결합제 제거

결합제 제거는 용매추출(solvent extraction) 후 열 분해하는 2 단계 공정을 사용하였다. 용매추출은 용매에 시편을 담그는 방식(immersion method)으로 행하였으며 용매로는 지방족계 석유 용제를 사용하였다. 최적 조건은 45°C 에서 7시간 추출하는 조건이었다. 이때 각 사출성형체 내의 용해되는 성분의 추출률은 95% 이상이었다. 용매추출 후 수소 분위기에서 열 분해 공정을 행하였다. 탈지체(debinded specimen)의 잔류 탄소 및 산소는 각각 LECO사의 CS444와 TC 136로 분석하였다. 열 분해에 의한 결합제의 제거는 수평 관상로에서 알루미늄 기판에 올려놓고 상압에서 처리하였으며, 유량은 $1\text{L}/\text{min}$ 으로 하였다.

2.4 소결 및 기계적 특성 평가

소결은 순수한 수소 분위기(dew point -40°C)에서 행하였다. 소결은 열분해 조건을 달리한 탈지체를 가열속도 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 으로 목표온도에서 1시간 행하였으며, 소결체

의 상대밀도 및 인장 특성을 평가 하였다. 소결온도를 900°C에서 1350°C까지 변화시키며 상대밀도의 변화 및 그에 따른 기계적 특성의 변화를 조사하였다. 소결체 밀도는 wax immersion법 (ASTM C914-79)을 이용하여 전체 기공율을 구하였으며, 결정립도의 측정은 영상분석기(Leica, Quantimet 570)를 사용하였다. 인장 시험은 Instron 8501(cross head speed 5mm/min)을 사용하여 상온에서 행하였으며, 인장강도 및 연신율을 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 소결온도에 따른 기공율의 변화

그림 3에 소결온도에 따른 17-4 PH STS의 선수축율과 상대밀도의 관계를 나타내었다. 소결온도가 900°C인 경우에는 상대밀도가 약 61% 였으나 1350°C에서 한 시간 소결한 경우에는 이온 밀도에 거의 가까워 짐을 알 수 있다.

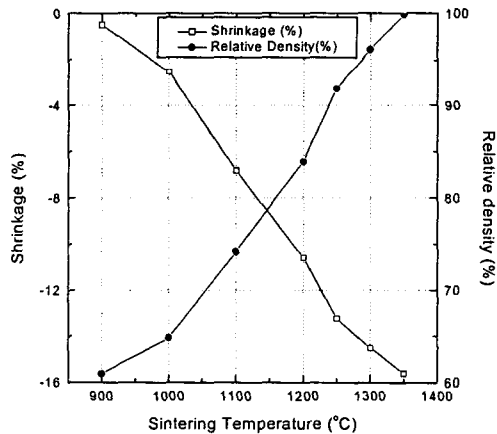


Fig. 3. Linear shrinkage and relative density of PIMed compacts with 10- μ m powder as a function of sintering temperature.

3.2 인장시험 결과

기공율에 따른 인장강도의 변화를 그림 4에 나타내었는데 기공율의 증가에 따라 거의 직선적으로 감소하고 있는 것을 볼 수 있다. 이는 이전의 기공체에 대해 보고되고 있는 기공율과 인장강도와의 관계[7]와 전혀 다른 경향으로, 본 연구에서 사용하고 있는 분말사출성형을 통해 얻어진 소결체 내의 기공의 생성기구와 형태와 분포가 전통적인 분말야금법으로 얻어진 재료와는 전혀 다르다는 사실에 기인하는 것으로 생각된다. 기존의 전통적인 분말야금의 경우에는 수 십 μ m 정도의 조대한 분말

을 사용하는 경우가 많고 프레스 압력에 의해 치밀화 정도가 결정되며, 실제 소결 시에는 집축된 분말들의 계면 접합만이 일어나므로 소결공정에 의한수축율은 수 % 미만이다. 즉, 동일한 기공율에서도 소결의 정도에 따라 분말간의 결합정도가 달라 서로 다른 강도를 나타낸다. 따라서 기공의 형태가 소결공정의 중기에 나타나는 열린 기공인 경우가 많으므로 같은 상대밀도를 갖는소결체의 경우에도 강도 및 연신율의 편차가 크고 상대밀도가 이온밀도 근처에 이르러서야 급격히 증가하는 양상을 보이게 된다.

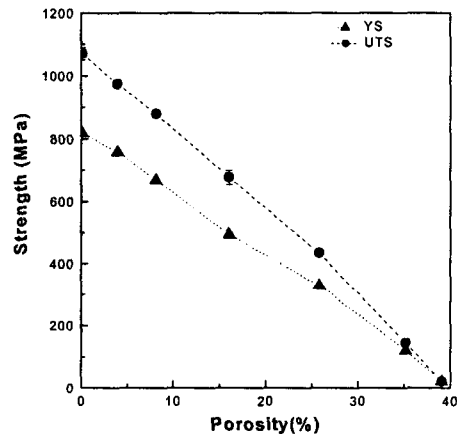


Fig. 4. Tensile strength of PIMed specimens as a function of porosity.

3.3 강도해석모델

소결과정을 고려하여 소결 초기 핵 성장 모델과 말기의 이상 기공 모델을 결합하고 초기 분말의 적층 구조별로 기공율과 하중지탱 면적의 관계를 구하여 다음과 같이 새로운 강도해석 모델을 제시하였다.

저밀도 영역 즉, 소결 초기에는 강도가 핵의 성장에 따른 하중지탱 면적 즉, 핵들의 인장방향의 투영 면적에 비례하는 것으로 가정하여 기공율과 상대 강도의 관계식이 아래 식 (1)과같이 간단하게 표현된다.

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} = 1 - \frac{P}{P_i} \quad (1)$$

여기서 P는 소결 중 혼합체의 총진율, P_i는 초기 총진율을 나타내며 σ 는 기공체의 강도, σ_0 는 기공이 없는 완전 소결체의 강도를 의미한다. 초기 총진율의 개념 P_i가 소

결전 분말들의 적층 구조, 즉, 최인접 분말 수를 표현해 주고 있어 실제 소결현상을 잘 표현 해준다.

고밀도 영역에서는 기공들이 대체로 구형이고 기공의 존재에 따라 하중지탱 면적이 감소하게 되는데 기공의 분포와 형상에 따라 최소 하중 지탱 면적이 어떻게 달라지는지를 예측해야 한다. 이러한 관점에서 초기 적층 구조별 기공율과 강도의 관계를 구해보면 식 (2)와 같이 표현할 수 있다.

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} = 1 - 1.95 (P_i \cdot P)^{2/3} \quad (2)$$

기공의 모델들은 초기 적층 구조에 관계없이 동일한 기공율이면 동일한 강도를 갖지만 이 관계 식에서는 초기 기공율에 따라 동일한 기공율에서도 다른 강도를 가지는 것을 잘 표현해 주고 있다. 뿐만 아니라, 초기 기공율이 적을수록 기공의 증가에 따라 강도의 저하가 적음을 알 수 있다.

그림 5에 실험결과에 위 식들을 적용한 결과를 나타내었다. 실선이 식 (2)의 고밀도 영역에서의 강도 예측 결과이고, 점선이 식 (1)의 저밀도 영역에서의 강도를 예측하는 결과이다. 보이는 바와 같이 전 범위에 걸쳐 강도-기공율 관계를 잘 설명할 수 있음을 알 수 있다. 두 선들이 만나는 영역이 닫힌기공과 열린기공이 혼재하는 기공율 범위로 알려져 있다.

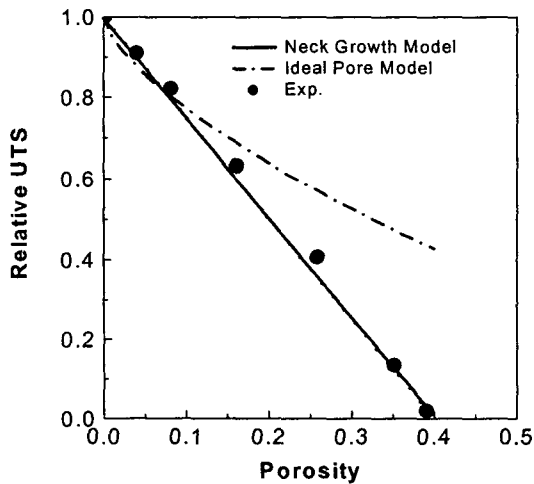


Fig. 5. Effect of aging temperature on the strength of PIMed 17-4 PH STS with the initial particle size of 6µm

4. 요약

17-4 PH STS 분말을 이용하여 분말 말사출성형 공정을 통해 판상의 인장시험편을 제조할 수 있었다. 소결온도를 900℃에서 1350℃까지 변화시킴으로써 상대밀도를 60%에서 99%까지 얻을 수 있었다. 분말사출성형한 17-4 PH STS에서는 상대밀도와 인장강도 사이에 직선적인 관계가 얻어졌는데, 소결 정도에 따라 고밀도 영역과 저밀도 영역으로 구분하여 전 기공율 범위에서 소결체의 강도를 예측할 수 있는 예측식을 제안 하였고 실제 실험결과에 적용함으로써 그 타당성을 입증하였다.

후 기

이 연구는 민군겸용기술개발과제를 통한 연구비 지원에 의해 이루어 졌으며 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

- (1) Haynes, R., "The Mechanical Behaviour of Sintered of Sintered Metals," 1981, Freund Publ., London, UK.
- (2) Bocchini, G.F., "The Influences of Porosity on the Characteristics of Sintered Materials," Int.J. Powder Metall., 1986, vol. 22(3), pp.185-200; Cornwall, R., 1998, "PIM Continues Its March to Maturity," MPR, 53(7/8), pp. 32-33.
- (3) German, R. M., and Bose, A., 1997, "Injection Molding of Metals and Ceramics," MPIF.
- (4) Bose, A., 1995, "The Technology and Commercial Status of Powder-Injection Molding," JOM, 47(8), pp.24-30.
- (5) Bose, A., Valencia, J.J., Spirko, J., and Schmees, R., 1997, "Powder Injection Molding of Inconel 718 Alloy," Adv. in Powder Metall. and Particulate Mater., vol. 3, MPIF, pp.18.099- 18.112.
- (6) German, R.M., 1993, "Technological Barriers and Opportunities in Powder Injection Molding," Powder Metall. Int, 25(4), pp.165-169.
- (7) Haynes, R., "The Mechanical Behaviour of Sintered of Sintered Metals," 1981, Freund Publ., London, UK.