

## 유리 금형용 다공질 소결체의 제조에 관한 연구

임태환<sup>1\*</sup>, 장태석<sup>1</sup>

### A Study on the Fabrication of Porous Sintered Materials for Glass Mold

Tae-Whan Lim<sup>1\*</sup> and Tae-Suk Jang<sup>1</sup>

**요 약** 유리병의 제조에 있어서 유리 용체가 금형 벽면에 부착하는 것을 방지하기 위하여 성형할 때마다 금형 내벽면을 윤활제로 도포하는 공정이 있다. 금형 벽면을 통기성이 있는 다공질 소결체로 제조하면 도포공정을 생략할 수 있다. 따라서 본 연구에서는 스테인리스 중에서 내열·내마모 특성이 가장 우수한 310L계 조대 분말( $\sim 150\mu\text{m}$ ) 및 420J2계 미세 분말( $40\sim 50\mu\text{m}$ )을 사용, 유리 금형용 내벽면 재료로서 가장 적합한 다공질 소결체(소결체의 밀도: 85~90%)를 제작하기 위하여 성형압력, 소결 분위기, 소결온도 및 시간을 변화시켜 다음과 같은 결과를 얻었다. (1) 고상 소결로서는 입자 크기가 큰 310L분말을 가지고는 어느 경우에 있어서나, 목적하는 소결 밀도를 얻을 수 없었다. (2)  $2\text{ton}/\text{cm}^2$ 의 성형압력으로 성형한 실형상 성형체를 양산용 진공( $1300^\circ\text{C}$ , 2시간)소결로에서 소결한 결과, 소결체의 밀도는  $310\text{L}+0.03\%B$ , 420J2,  $420\text{J}2+(0.03, 0.06)\%B$ 에서 각각 6.2(79%), 6.6(86%), 7.3(95%), 7.6(99%) $\text{g}/\text{cm}^3$ 로 나타났다. 따라서, 420J2계 분말(저압성형) 및  $310\text{L}+0.03\%B$ (고압성형)분말을 사용하여 진공 중 소결하면 목적하는 통기도를 가진 소결체를 제작할 수 있다는 것을 알았다.

**Abstract** In order to prevent adhering of molten glass on a mold wall, the wall is swabbed with lubricant oil before forming. However, the swabbing process can be removed from the entire processes of the glass forming if the mold wall is made of a porous sintered material. The purpose of the present study is to manufacture a sintered material(having a sintered density of 85~90%)which is the most appropriate inter plane material for a glass mold. For the research, SUS310L-based coarse powder ( $\sim 150\mu\text{m}$ ) and SUS420J2-based fine powder ( $40\sim 50\mu\text{m}$ ) were used for the compact materials, and effects of compaction pressure and sintering condition(atmosphere, temperature) were investigated. The results obtained were as follows. (1) By means of solid phase sintering, a desired sintering density could not be achieved in any case when using a 310L-based powder having a large particle size. (2) When sintering green compacts(compaction pressure of  $2\text{ton}/\text{cm}^2$ ) in a commercial vacuum furnace(at  $1300^\circ\text{C}$  for 2 hours), the sintered compacts had densities of  $6.2\text{g}/\text{cm}^3$  (79%) for  $310\text{L} + 0.03\%B$ ,  $6.6\text{g}/\text{cm}^3$  (86%) for 420J2,  $7.3\text{g}/\text{cm}^3$ (95%) for  $420\text{J}2+(0.03)\%B$ , and  $7.6\text{g}/\text{cm}^3$  (99%) for  $420\text{J}2+(0.06)\%B$ , respectively. As a result, it is regarded that sintered compacts having a desired porosity may be achieved by vacuum sintering the 420J2-based powder (low pressure compaction) and the  $310\text{L}+0.03\%B$ -based powder (high pressure compaction).

**Key Words** : glass mold, swabbing, stainless steel, sintering, porous sintered material, porosity.

### 1. 서론

현재 유리병의 제조에 있어서는 유리 용체가 금형 벽면에 부착하는 것을 방지하기 위하여 일일이 금형 내벽면(유리 용체와 접촉하는 부분)을 윤활제로 도포하여야

하는 swabbing공정이 있다[1]. 한국 코팅에서는 이와 같은 공정을 삭제할 수 있는 유리병 제작용 금형을 설계·개발하여 특허를 출원하였다. 개발한(특히 출원한) 유리병 금형의 단면도를 그림 1에 나타내나, 본 금형의 특징은 금형 외벽과 내벽 사이에 윤활제를 충전시키고, 금형 내벽을 통하여 윤활제가 유리와의 접촉하는 면으로 스며나오게 하는 구조로 되어 있다. 이와 같은 금형이 제조(실용화)되면 일일이 금형 내벽면을 윤활제로 도포하는

<sup>1</sup>선문대학교, 전자재료공학과

\*교신저자: 임태환(tw@sunmoon.ac.kr)

문제점이 해결되어 유리병 제조 원가는 크게 절감된다. 이와 같은 유리병 금형의 내벽면(윤활체가 유리라 접촉하는 면으로 스며 나오게 하기 위해서는 재료가 기공성을 약 10~15%가지고 있어야 한다)은 분말야금법(소결법)으로 제조하는 것이 가장 유리하고, 완성도가 높다 [2-3].

따라서 본 연구에서는 내열용 스테인리스 분말을 사용하여 유리병 금형 내벽면 재료로서 가장 적합한 기공성(통유성) 및 내마모성을 가진 소결체를 개발하는 것을 목적으로 한다.

## 2. 실험 방법

유리병 금형 내벽면은 뜨거운 유리 용체가 접촉되므로 내열성 및 내마모성이 있어야 한다. 또한, 항상 윤활체가 접촉하므로 내산화성(내식성)도 있어야 한다. 이와 같은 특성을 만족시킬 재료로서는 스테인리스가 가장 적합하다. 따라서 본 연구에서는 스테인리스 중에서 내열·내마모 특성이 가장 우수한 310L분말(Fe-25%Cr-20%Ni, -150 $\mu$ m) 및 420J2(Fe-13%Cr-0.3%C, 45~50 $\mu$ m)계 스테인리스 분말을 사용하였다. 또한, 필요에 의하여 310L분말에 304(-75 $\mu$ m)분말을 10~30%첨가한 혼합분말과 310L 및 420J2분말에 붕소(B, 5 $\mu$ m)를 0.03~0.06%첨가한 혼합분말도 사용하였다. 위의 각 분말에 대하여는 성형압력을 1~6ton/cm<sup>2</sup>까지 변화시켜 성형체의 밀도가 다른 여러 종의 성형체를 제작하였다. 소결은 수소 및 진공 분위기 중에서 소결온도를 1200~1350 $^{\circ}$ C로 변화시켜 1~2시간 실시하였다.

얻어진 소결체에 대하여는 소결체의 밀도 측정, 조직 관찰, dilatometer에 의한 수축율 측정 등을 실시하였다.

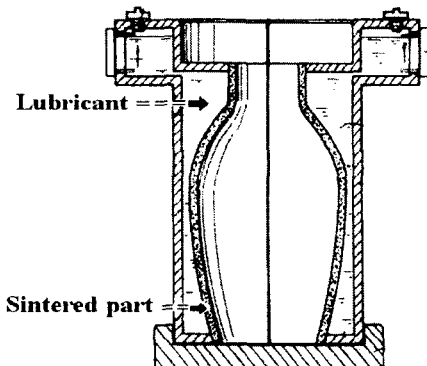


그림 1. 특허 출원한 유리병 금형의 단면도

## 3. 실험 결과 및 고찰

먼저, 310L분말에 대하여 1ton/cm<sup>2</sup>(저압) 및 6ton/cm<sup>2</sup>(고압)의 성형 압력으로 성형체를 제작한 후 성형체의 밀도를 측정된 결과, 각각 4.25~4.68g/cm<sup>3</sup>(상대밀도: 54~60%), 5.9~6.0g/cm<sup>3</sup>(상대밀도: 75~76%)로 나타나는 것을 확인하였다. 저압 및 고압으로 제작한 성형체를 수소(H<sub>2</sub>)중 소결 분위기에서 1250 $^{\circ}$ C의 소결 온도로 1시간 소결한 결과, 저압 성형한 소결체의 밀도는 4.4~5.0g/cm<sup>3</sup>(상대밀도: 56~64%)로, 고압 성형한 소결체는 6.0~6.1g/cm<sup>3</sup>(상대밀도: 약 77%)로 나타나는 것을 확인하였다.

위의 결과로 부터 수소 중 소결체는 소결에 의해 1~4%정도 수축(치밀화)된 것을 알 수 있다. 또한, 저압 성형한 소결체의 경우는 다량의 기공(40~46%)을 함유하고 있으므로 유리병 금형 재료로서 적용하기 어렵다고 판단된다. 고압 성형한 소결체의 경우도 목적하는 소결체의 밀도(85~90%)에는 도달되지 않는 것을 알 수 있다. 따라서, 이와 같은 결과는 소결 온도가 낮고, 소결 시간이 짧기 때문에 발생되었다고 생각하였다. 따라서, 고압 성형체에 대하여 소결온도를 1300 $^{\circ}$ C로 상승시키고, 시간을 2시간으로 연장시켜 소결을 실시하였으나, 소결체의 밀도는 6.1g/cm<sup>3</sup>로 나타나 목적하는 밀도의 값은 얻을 수 없었다.

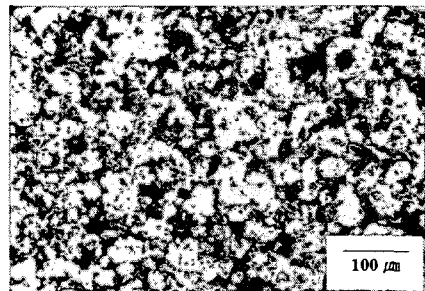


그림 2. 수소 중 1300 $^{\circ}$ C에서 2시간 소결한 310L(Fe-25%Cr-20%Ni)소결체의 광학 현미경 조직 사진 예

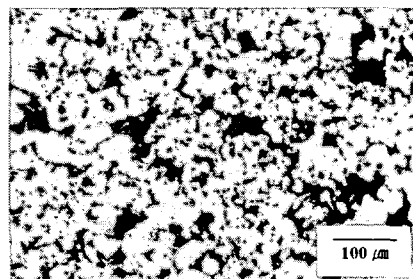


그림 3. 진공 중 1300 $^{\circ}$ C에서 2시간 소결한 310L소결체의 광학 현미경 조직 사진 예

그림 2에는 1300℃에서 2시간 소결한 소결체(밀도: 6.1g/cm<sup>3</sup>)의 광학 현미경 조직 사진 예를 나타내나, 소결체의 밀도에 상응하고 있는 20~40 $\mu$ m 기공이 다량 잔류하고 있고, 또한, 다량의 개재물(산화물)도 관찰되었다. 소결 온도를 1300℃까지 상승시켜 소결하여 보았지만 수소 중 소결 분위기로 얻고자 하는 소결체의 기공도(통기도)를 얻을 수 없었다. 따라서, 고압으로 성형한 성형체에 대하여 불순물(H<sub>2</sub>O)의 혼입이 없는 진공(~10<sup>-5</sup> torr)중, 1300℃에서 2시간 소결을 실시하였다. 그 결과, 소결체의 밀도는 6.2g/cm<sup>3</sup> (상대밀도: 79%)로 나타나, 수소 중 소결체와의 밀도 차는 크지 않은 것을 확인하였다. 그림 3에는 진공 중 소결체의 광학 현미경 조직 사진 예를 나타내나, 소결체의 밀도(6.2g/cm<sup>3</sup>)에 상응하는 약 30 $\mu$ m의 기공이 다량 잔류하고 있는 것을 알 수 있다. 조직적으로 수소 중 소결체와 비교하여 보면, 개재물(산화물)이 거의 잔류하고 있지 않는 것이 특징적이다. 결국 진공 중 소결에 있어서도 목적하는 소결체의 밀도 즉 기공도는 얻을 수 없었다.

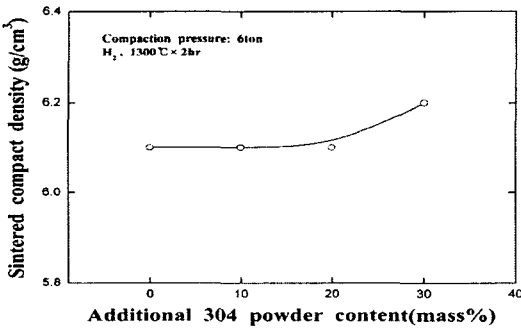


그림 4. 수소 중 310L소결체의 밀도에 미치는 304미분말 첨가의 영향

여기서, 소결체의 밀도를 상승시킬 목적으로 310L분말에 입자 크기가 작은 304분말(-75 $\mu$ m)을 첨가하여 실험

을 실시하였다. 그림 4에는 310L분말에 304미분말을 10, 20, 30%첨가하여 고압 성형한 성형체를 수소 중, 1300℃에서 2시간 소결한 각 소결체의 밀도를 나타내었다. 10, 20, 30% 304미분말 첨가에서 소결체의 밀도는 각각 6.1, 6.1, 6.2g/cm<sup>3</sup>로 나타나, 미분 첨가의 효과는 거의 없는 것을 알 수 있었다. 그림 5에는 미분첨가 수소 중 소결체의 광학현미경 조직 사진 예를 나타내나, 첨가량에 따른 기공량의 변화는 거의 없는 것을 알 수 있다.

그림 6에는 미분 첨가 고압 성형체를 진공 중, 1250℃에서 2시간 소결한 소결체의 밀도를 나타내었다. 10, 20, 30% 304미분말 첨가에서 소결체의 밀도는 6.2, 6.2, 6.3g/cm<sup>3</sup>로 나타나, 진공 중 소결에 있어서도 미분 첨가의 효과는 거의 없는 것을 알 수 있다. 또한 수소 중 소결체에 비하여 밀도는 1~2%상승되었으나, 목적하는 통기도는 얻을 수 없었다. 그림 7에는 미분첨가 진공 소결체의 광학 현미경 조직 사진 예를 나타내나, 미분 첨가량에 관계없이 많은 양의 기공이 잔류하고 있는 것을 알 수 있다.

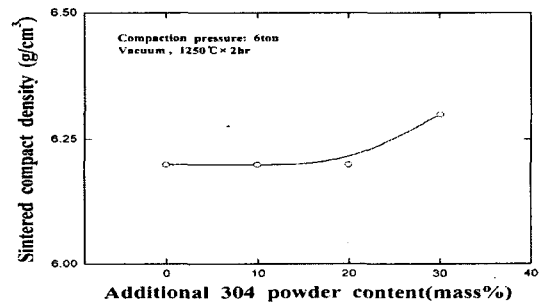


그림 6. 진공 중 310L소결체의 밀도에 미치는 304미분말 첨가의 영향

이상의 결과를 보면, 어느 경우에 있어서나 고상 소결로서는 입자 크기가 큰 310L분말을 가지고 목적하는 소결체의 밀도 즉 통기도는 얻기 어렵다고 판단하였다. 따라서, 소결체를 목적하는 밀도까지 상승시키기 위하여

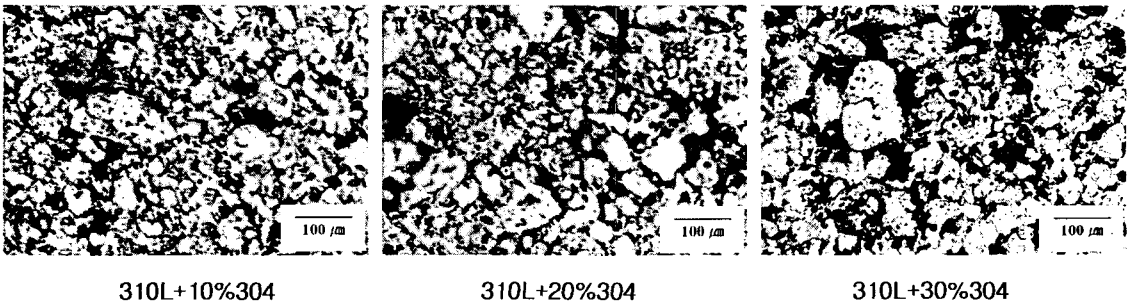


그림 5. 수소 중 1300℃에서 2시간 소결한 304미분말 첨가 310L소결체의 광학 현미경 조직 사진 예

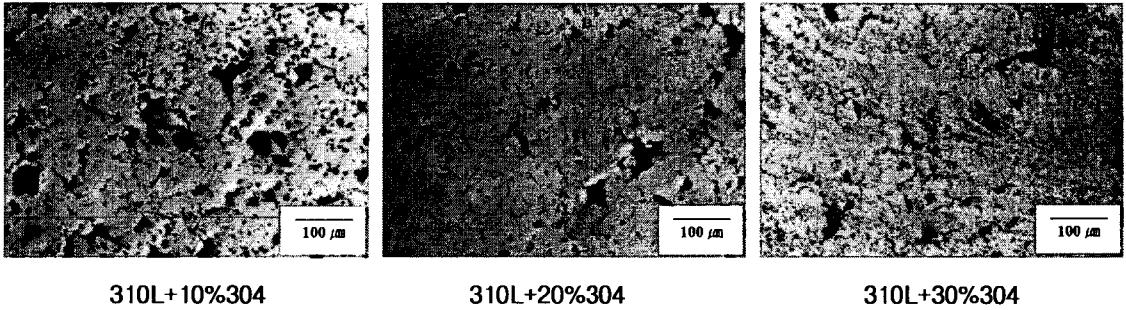


그림 7. 진공 중 1250℃에서 2시간 소결한 304 미분말 첨가 310L소결체의 광학 현미경 조직 사진 예

310L분말에 대하여는 액상 소결을 도입하였다. 또한, 필요에 의해 조성이 다르고, 분말의 입자 크기가 미세한 420J2내열 스테인리스강도 사용하였다. 사용 분말은 310L분말에 액상 형성 천이 원소인 B를 0.03첨가한 분말 및 420J2분말, 420J2분말에 B를 0.03, 0.06%첨가한 것이다.

먼저, 소결체의 수축율(치밀화) 정도를 dilatometer를 사용하여 정량적으로 평가였다. 수축을 평가는 2ton/cm<sup>2</sup>의 압력으로 성형체(성형체의 밀도: 66%)를 제작한 후 Ar 분위기 중에서 1250℃까지 가열하면서 실시하였다. 그 결과를 그림 8에 나타나, 310L소결체는 약 3%정도 수축되었고, 310L에 B를 0.03%첨가한 소결체는 약 4% 수축된 것을 알 수 있다. 420J2소결체는 약 21%수축되었고, 420J2에 B를 0.03%첨가한 소결체는 약 25%정도 수축되었다. 따라서 420J2분말을 사용하면, 목적하는 소결체의 밀도를 얻을 수 있을 것으로 판단하였다. 다음은 310L, 310L+0.03%B 및 420J2, 420J2+(0.03, 0.06)%B의 5종 분말에 2ton/cm<sup>2</sup> 성형압력을 가하여 실험상에 가까운 형상으로 성형체를 제작하였다. 제작한 성형체는 양산용 소결로를 사용, 1300℃에서 2시간 수소 및 진공 소결하였다.

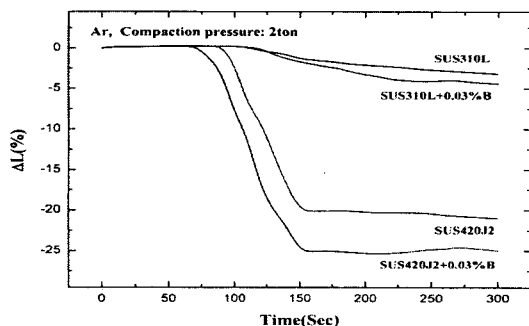


그림 8. Ar분위기 중 1250℃소결에 있어서 4종류 소결체의 수축 곡선

먼저, 수소 중 소결체의 경우는 소결체 표면이 검게 산화되었고, 형상도 크게 변형되어 제품으로서는 사용할 수 없는 것을 확인하였다. 이와 같은 결과는 수소의 순도가 낮기 때문에 발생되었다고 생각하였다[4-5].

그림 9에는 진공 중에서 소결한 소결체의 외관 형상을 나타내나, 형상의 변형 없이 소결이 양호하게 된 것을 알 수 있다. 따라서, 진공 중 소결체의 밀도를 측정하여 보았다. 그 결과, 소결체의 밀도는 310L, 310L+0.03%B에서는 각각 5.8(74%), 6.2(79%)g/cm<sup>3</sup>로, 420J2, 420J2+(0.03, 0.06)%B에서는 각각 6.6(86%), 7.3(95%), 7.6(99%)g/cm<sup>3</sup>로 나타내는 것을 확인하였다.

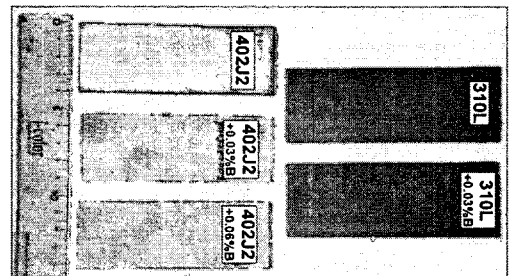


그림 9. 진공 중 1300℃에서 2시간 소결한 5종류 소결체의 외관 사진 예

그림 10, 11에는 310L, 310L+0.03%B 및 420J2, 420J2+(0.03, 0.06)%B소결체의 광학 현미경 조직사진 예를 나타내었다. 그 결과, 소결체의 밀도에 상응하는 기공도(통기도)를 나타내는 것을 알 수 있다.

이상의 결과로부터 목적하는 통기도(10~15%)를 가진 소결체를 제조하기 위해서는 첫 번째로 미분의 420J2 분말을 사용, 2~3ton/cm<sup>2</sup>로 저압성형 후 진공 중에서 1300℃로 고상소결하면 가능하고, 두 번째로는 310L조대분말에 액상 천이 원소인 B를 소량 첨가 5~6ton/cm<sup>2</sup>로 고압성형 후 진공 중, 1300℃에서 액상 소결하면 가능하다는 것을 알았다.

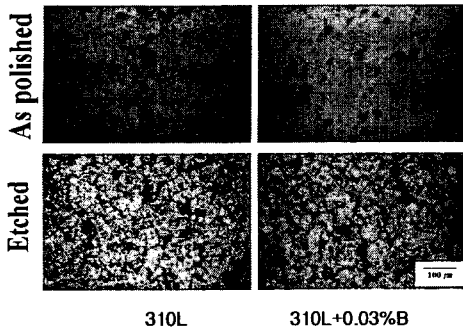


그림 10. 진공 중 1300℃에서 2시간 소결한 310L, 310L+0.03%B 소결체의 광학 현미경 조직사진 예

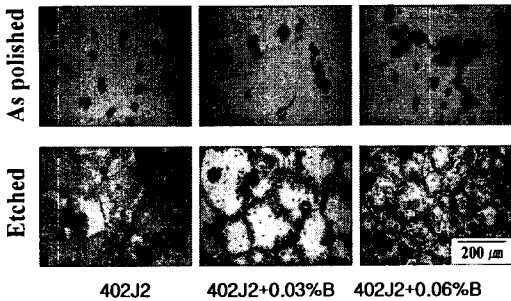


그림 11. 진공 중 1300℃에서 2시간 소결한 B첨가 402J2 소결체의 광학 현미경 조직사진 예

#### 4. 결론

본 연구에서는 스테인리스 중에서 내열·내마모 특성이 가장 우수한 310L계 조대 분말(-150 $\mu$ m) 및 420J2계 미세 분말(40~50 $\mu$ m)을 사용, 유리병 금형 벽면재로서 가장 적합한 소결체(소결체의 밀도: 85~90%)를 제작하기 위하여 성형압력, 소결 분위기, 소결온도 및 시간을 변화시켜 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 입자크기가 조대한 310L분말을 사용, 고상 소결로는 어느 경우에 있어서나 목적하는 통기도를 가진 소결체를 제작할 수 없었다.
- 2) 310L, 310L+0.03%B 및 420J2, 420J2+(0.03, 0.06)%B의 5종 분말에 2ton/cm<sup>2</sup> 성형압력을 가하여 실험상에 가까운 형상으로 성형체를 제작한 후 양산용 수소 및 진공로(1300℃, 2시간)로에서 소결한 결과, 수소중 소결체는 어느 경우에 있어서나 소결체 표면이 검게 산화되었고, 형상도 크게 변형되어 제품으로서는 사용할 수 없는 것을 확인하였다. 불순물의 혼입이 없는 진공중 소결체의 밀도는 310L, 310L+0.03%B에서 각각 5.8(74%), 6.2(79%)g/cm<sup>3</sup>로, 420J2, 420J2+(0.03, 0.06)%B에서 각각 6.6(86%), 7.3(95%), 7.6(99%)g/cm<sup>3</sup>로 나타났다.

- 3) 이상의 결과를 종합하여 보면, 420J2계 분말(저압성형) 및 310L+0.03%B(고압성형)분말을 사용하여 진공중 소결하면 목적하는 통기도를 가진 소결체를 제작할 수 있다는 것을 알았다.

#### 감사의 글

본 연구는 한국코팅 김병두 사장님의 도움으로 수행되었으며 이에 감사드립니다.

#### 참고문헌

- [1] 김대기, "Swabbing", (주)금비 기술연구소, pp.21, 1994.
- [2] R. M. German, "Powder Metallurgy Science", Second Edition, Metal Powder Industries Federation, New Jersey, 1994.
- [3] R. M. German, "Sintering Theory and Practice", John Wiley & Sons, Inc., 1996.
- [4] 임태환, "Co와 Fe+Co혼합미분의 소결 치밀화 특성", 한국분말야금학회지, pp.97-103, 1996.
- [5] 임태환, "온간 성형법으로 제작한 오스테나이트계 스테인레스강의 소결 거동에 관한 연구", 한국분말야금학회지, pp.42-49, 2000.

#### 임 태 환(Tae-Whan Lim)

[정회원]



- 1986년 2월 : 한양대학교 금속재료학과 (공학사)
- 1989년 3월 : 東京大學校 금속재료학과 (공학석사)
- 1992년 3월 : 東京大學校 재료학과(공학박사)
- 1992년 3월 ~ 현재 : 선문대학교 전자재료공학과 교수

<관심분야> : 나노분말, 금속사출성형, 소결, 열처리

#### 장 태 석(Tae-Suk Jang)

[정회원]



- 1981년 2월 : 한양대학교 금속공학과 (공학사)
- 1983년 2월 : 한양대학교 금속공학과 (공학석사)
- 1991년12월 : North Carolina State Univ. 재료공학과(공학박사)
- 1992년 3월 ~ 현재 : 선문대학교 전자재료공학과 교수

<관심분야> : 자성재료