분말 사출 성형법으로 제조된 T42 고속도 공구강의 소결 조건에 따른 조직 특성 변화

도경록^a · 최성현^a · 권영삼^b · 조권구^a · 안인섭^{a*}

^a국립 경상대학교 나노·신소재공학부 금속재료공학과, ^b(주)씨타텍

The Microstructural Properties Change Owing to the Sintering Condition of T42 High Speed Steel Produced by Powder Injection Molding Process

Kyoung-Rok Do^a, Sung-Hyun-Cho^a, Young-Sam Kwon^b, Kwon-Koo Cho^a, and In-Shup Ahn^{a*}

^aSchool of Material Science and Engineering, i-Cube Center, Gyeongsang National University,
Jinju 660-701, Korea

^bCetatech, Inc, TIC 296-3, Younghyun-myon, Sacheon, Gyeongnam, Korea

(Received March 5, 2010; Revised April 12, 2010; Accepted August 2, 2010)

Abstract High speed steels (HSS) were used as cutting tools and wear parts, because of high strength, wear resistance, and hardness together with an appreciable toughness and fatigue resistance. Conventional manufacturing process for production of components with HSS was used by casting. The powder metallurgy techniques were currently developed due to second phase segregation of conventional process. The powder injection molding method (PIM) was received attention owing to shape without additional processes. The experimental specimens were manufactured with T42 HSS powders (59 vol%) and polymer (41 vol%). The metal powders were pre-alloyed water-atomised T42 HSS. The green parts were solvent debinded in normal n-Hexane at 60°C for 24 hours and thermal debinded at N₂-H₂ mixed gas atmosphere for 14 hours. Specimens were sintered in N₂, H₂ gas atmosphere and vacuum condition between 1200 and 1320°C. In result, polymer degradation temperatures about optimum conditions were found at 250°C and 480°C. After sintering at N₂ gas atmosphere, maximum hardness of 310Hv was observed at 1280°C. Fine and well dispersed carbide were observed at this condition. But relative density was under 90%. When sintering at H₂ gas atmosphere, relative density was observed to 94.5% at 1200°C. However, the low hardness was obtained due to decarbonization by hydrogen. In case of sintering at the vacuum of 10⁻⁵ torr at temperature of 1240°C, full density and 550Hv hardness were obtained without precipitation of MC and M₆C in grain boundary.

Keywords : High speed steel, Powder injection molding, T42, HSS, PIM

1. 서 론

고속도 공구강(high speed steel, HSS)은 기존의 고탄소강에 Cr, Mo, W, Co, V등이 다량으로 함유된 합금으로 금속탄화물(metal carbide, MC, M₆C, M₂₃C₆)이 Fe(오스테나이트, 페라이트)기지에 분산 강화된 합금이며 내마모성, 강도, 경도, 연성이 좋고 특

히 고온특성이 좋아 고속절단에 많이 쓰인다. 고속도 공구강은 종래에는 주로 주조법으로 제조되었으나 주조결함이나 결정립 조대화 등으로 인해 주조법 보다 결정립제어나 탄화물 분포 상태가 좋은 일반적인 분말야금법(powder metallurgy, PM)으로 제조되고 있다. 하지만 일반적인 분말야금법으로는 형태가 복잡한 마이크로 부품의 제조에 한계가 있어 분말사출

*Corresponding Author : [Tel : +82-55-751-5304; E-mail : ais@gnu.ac.kr]

성형법(powder injection molding, PIM)의 연구가 최근 진행되고 있다[10-15].

분말사출성형법이란 기존의 분말야금법의 장점과 플라스틱사출성형법(plastic injection molding)의 장점을 결합시킨 공법으로 복잡한 형상의 소형제품을 대량생산하는데 효과적인 공법이다. 분말사출성형법은 스테인리스강(stainless steel)이나 내화물(refractory) 등에 많은 연구가 진행되어 왔으나, 고속도 공구강에 관한 연구는 거의 이루어지지 않은 상태이다[1-9].

따라서 본 연구에서는 마이크로 공구소재의 응용성을 타진하기 위하여 T42 고속도공구강 분말을 이용하여 사출성형 한 후 소결 분위기와 온도에 따른 특성변화를 조사하였다.

2. 실험방법

본 실험에 사용된 T42 고속도공구강 분말은 Epson Atmix Corporation(Japan)에서 제조된 것으로 조성은 표 1과 같으며, 그림 1과 같이 수분사 된 분말로 분말의 평균입자크기는 10 μm 이며 불규칙한 둥근 형상을 가지고 있다. 본 연구에서 수행 된 공정은 그림 2와 같은 순서로 진행되었다.

피드스탁(feedstock)은 두날혼합기(two blade mixing machine)를 통해 160°C에서 1시간동안 혼합되었으며, 사출성형기를 통해 165°C에서 사출되었다. 사출품은 왁스계 바인더의 제거를 위해 60°C의 노멀-헥산(n-Hexane)속에서 24시간동안 용매탈지 되어졌으며, 용매탈지단계에서 제거되지 않는 잔여 바인더는 질소/수소 혼합가스 속에서 250°C에서 6시간, 480°C에서 6시간동안 열간탈지되었다. 열간탈지는 균열방지를 위해 2°C/min로 승온되었으며, 열간탈지된 시편에 적당한 강도를 부여하기 위해 800°C에서 1시간동안 예비소결하였다. 예비소결된 시편은 소결 분위기의 영향을 알아보기 위해 질소가스와 수소가스분위기, 진공에서 소결이 이루어졌으며, 균열방지를 위해 분당 10°C/min의 승온속도로 소결되었고, 소결온도에 따른 물성 변화를 알아보기 위해 분위기 속에서 1200-1320°C로 1시간동안 유지하였다.

Fig. 1. Scanning electron microscope image of water-atomized T42 HSS powder.

Fig. 2. Flow diagram of the powder injection molding process for T42 HSS.

Table 1. Chemical composition of the as-received T42 HSS powder(weight percentage)

Chemical compositions(wt.%)	C	Cr	Mo	Co	V	W
T42	1.27	4.18	3.50	9.50	3.36	9.59

열간탈지된 시편의 잔여 바인더를 확인하기 위해 열분석기(Shimadzu Q600, TA, USA)에서 시차주사열량(differential scanning calorimeter, DSC) 분석하였다. 예비소결된 시편을 소결온도와 분위기에 따른 수축률을 비교하기 위한 열팽창계수측정기(dilatometer, TD-5000S, Japan)와 고진공로(10^{-5} torr)에서 소결을 하였다. 소결된 시편의 탈탄정도를 측정하기 위해 CS 분석기(LECO)가 사용되었으며, 소결된 시편은 아르키메데스 원리(Archimedes' principle)로 밀도를 측정하였고, 비커스경도기를 통해 경도를 측정하였으며, 미세조직 관찰을 위해 전계방출형주사전자현미경(field emission scanning electron microscope, Philips XL30 S FEG, Netherlands)을 사용하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

용매탈지 단계에서 왁스계의 바인더가 n-Hexane을 통해 제거되는데, 24시간의 유지시간에서 바인더의 양은 더 이상 감소되지 않았으며 충분한 탈지가 되었다. 용매탈지된 시편표면에서 바인더의 제거로 인한 기공이 관찰되는데, 이 기공은 사출품의 표면적을 높여 주어 열간탈지 단계에서 바인더의 제거를 더 쉽게 해준다는 장점이 있다.

열간탈지 공정은 용매탈지 후 남은 바인더를 제거해주는 공정으로, 용매탈지된 시편을 분위기 속에서 열을 가해주어 바인더를 연소시켜주는 공정이다. 열간탈지 단계에서 바인더가 완전히 제거되지 않으면 소결 시 완전치밀화가 불가능하며, 형상의 일그러짐이 생길 수 있다. 용매탈지된 시편을 열분석기를 통해 열흐름(heat flow)을 측정하였을 때 220°C와 465°C 부근에서 아직 연소가 안 된 바인더의 피크가 관찰되어 열간탈지는 그보다 높은 250°C와 480°C에서 행하여졌다. 수소/질소 혼합가스 분위기를 이용하여 각각의 온도에서 유지시간을 달리하면서 잔류바인더의 변화를 조사하였다.

그림 3은 용매탈지된 시편의 열간탈지 시간에 따른 시차주사열량 분석 결과이다. 그림 3(a)그래프를 보면 220°C부근에서 Y축의 온도계차(temperature difference, $\mu\text{V}/\text{mg}$)값이 증가하기 시작하여 450°C부근에서 더 급격하게 오르는 것을 볼 수 있다. 이는 220°C 부근에서 바인더가 제거되기 시작하여 단번에 제거되는 것이 아니라 지속적으로 제거되고 있다는

Fig. 3. Differential scanning calorimeter curves of (a) solvent debinded parts, (b) thermal debinded parts obtained at 250°C and 480°C for 3 hours, respectively and (c) thermal debinded parts obtained at 250°C and 480°C for 4 hours, respectively.

것을 보여주며, 450°C에서 다른 바인더의 반응이 나타나 더 급격히 오른다는 것을 알 수 있다. 그림 3(b)그래프를 보면 바인더가 완전하게 제거되지 못한 모습을 볼 수 있으며, 그림 3(c)그래프의 경우 450°C 부근에서 피크가 약간 증가하는 것으로 보아 잔류바인더가 존재함을 알 수 있는데, 이 정도의 잔류 바인더는 예비소결공정에서 완전히 제거 될 것으로 생각된다.

예비소결된 시편이 소결 조건에 따라 소결이 어떻게 진행되는지 확인하기 위해 열팽창계수측정기를 이용한 소결이 진행되었다. 그림 4는 질소가스와 수소 가스분위기에서 예비소결된 시편의 치밀화가 시작되는 온도와 수축율을 보여준다. 예비소결된 시편은 5°C/min의 승온속도로 1400°C까지 승온되었다. 질소 가스분위기의 경우 1200°C 부근에서 치밀화가 시작되었지만, 수축이 12%정도에 그쳐 완전 치밀화가 일어나지 못하였다. 수소가스분위기에서 소결했을 경우에는 질소가스분위기에서 소결한 경우 보다 낮은 1160°C 부근에서 치밀화가 시작되었으며, 최고 16%의 수축이 일어났다. 이때 상대밀도가 95%이었다. 이와 같이 수소분위기에서 소결하였을 때가 더 많은 수축율을 보이는 이유는 열간탈지와 예비소결 후 분말 입자 사이에 끼인 극소량의 잔여바인더가 수소분위기에서 가장 빠른 제거가 일어나므로, 소결 시 불순물인 잔여바인더의 영향이 없어져 소결온도가 다른

Fig. 4. Dilatometry(DLT) curve of shrinkage rate of brown parts (thermal debinded parts) sintered in N₂ atmosphere and H₂ atmosphere.

Fig. 5. Relative density of sintered parts obtained at different sintering conditions.

분위기보다 낮은 것 때문이라 생각된다.

그림 5는 소결 조건에 따른 밀도변화를 보여주며 그림 6은 소결 조건에 경도변화를 보여준다. 예비소결된 시편은 각각의 소결조건에서 1시간동안 유지되었다. 우선 질소 분위기에서 소결된 시편은 1300°C 부근까지 밀도 증가를 보이다가, 그 이후 약간의 밀도증가만 보였다. 이때 경도값은 310 Hv로 1280°C에서 가장 높았는데, 소결온도가 높을 경우 완전 치밀화가 이루어지지 않은 상태에서 입자성장이 이루어져 경도가 낮아지는 것을 알 수 있었다. 반면 수소가스분위기의 경우, 보다 낮은 온도에서 치밀화가 일어났지만 그림 7과 같이 탈탄현상으로 인해 액상의 출현 온도가 높아져 1200°C까지 완전 치밀화가 일어나

Fig. 6. Hardness of sintered parts obtained at different sintering atmosphere.

Fig. 7. Carbon contents graph of hydrogen atmosphere sintered part.

지 않았으며, 소결온도의 증가함에 따라 수소가스로 인해 표면 탈탄이 일어나 경도가 낮아지는 것을 알 수 있다. 수소가스분위기에서 소결한 시편의 경우 공구강 소재로 사용되기에는 경도가 너무 낮아 적당치 않을 것으로 사료된다. 반면 진공에서 소결한 시편의 경우 1220°C에서부터 완전치밀화가 되었으며, 경도도 급격히 증가하였다. 하지만 1280°C 이상의 소결온도에서는 과다한 액상으로 인하여 형태가 변형되었다. 분말사출 성형법을 이용한 고속도공구강의 소결 시 진공이 가장 적절한 분위기로 보이며 최적의 소결온도는 1230°C~1240°C로 사료된다.

그림 8은 질소가스분위기에서 소결온도에 따른 미세조직의 변화를 보여준다. 그림 8(a)에서 Fe기지에 회색으로 나타난 석출상은 EDS mapping 결과 MC 탄화물로 판명되었으며, 밝은색의 석출물은 M₆C 탄화

Fig. 8. SEM images of microstructures sintered at nitrogen gas atmosphere; (a) 1240°C, (b) 1290°C, (c) 1320°C and (c) 1340°C

물로 판명된다. 소결온도가 비교적 낮은 경우는 그림 8(a) 및 (b)에서 보여주는 바와 같이 MC 탄화물은 주로 입내에 분포되어 있으며 입계에서는 M_6C 탄화물이 주로 분포하고 있다. 그림 8(c)에서는 MC 탄화물 주위에 M_6C 탄화물이 석출된 것을 볼 수 있다. 그림 8(d)에서는 입계를 따라 M_6C 탄화물이 연속적으로 분포되어 있는 것을 볼 수 있다. 탄화물이 입계로 이동하였을 경우 최종 QT처리 후 TRS나 경도 특성에 나쁜 영향을 미칠 수 있으므로 미세한 탄화물이 입내에 균일하게 존재하고 있을 경우가 가장 좋은 미세구조 형상이므로 그림 8(b)와 같은 조직은 좋은 조직이라 할 수 없다. 그림 6의 경도그래프 결과와 그림 8을 비교하면 1280°C에선 MC 탄화물과 M_6C 탄화물이 잘 분포되어 높은 경도를 보이지만, 소결온도가 증가하면서 MC 탄화물 주위에 M_6C 탄화물이 석출되어 경도가 낮아짐이 확인되며, 소결온도가 더 증가하면서 M_6C 탄화물이 입계를 따라 연속적으로 분포하고 입자성장이 함께 일어나 경도가 더 감소하는 것을 볼 수 있다.

그림 9는 진공에서 소결온도에 따른 미세조직의 변화를 보여준다. 1220°C에서 소결한 시편의 미세조직을 보면 평균 1 μm 크기의 탄화물이 관찰되며 밝은 것은 M_6C , 어두운 것은 MC탄화물로 판단되며 입내와 입계에 골고루 분포하고 있는 것을 볼 수 있지만, 소량의 기공이 발견된다. 반면 1240°C에서 소결한 경우 1220°C에서 소결한 경우와 비슷한 조직을 보이지만, 완전치밀화가 일어나 기공이 발견되지 않으며, 그림 9에서 보이는 것처럼 탄화물의 균일한 분포로 인해 경도가 높다는 것을 알 수 있다. 반면 온도가 더 증가했을 경우 MC탄화물과 M_6C 탄화물은 조대화와 함께 입계로 이동을 하고, 1290°C에서 보면 MC탄화물과 M_6C 탄화물이 결합되어 입계에서 필름 형상을 나타내는 것을 볼 수 있는데, 앞서 언급한 것과 같이 탄화물이 입내에 균일하게 존재하고 있는 경우가 가장 좋은 조직이므로 최종 QT 처리후 기계적 특성에 나쁜 영향을 미칠 것이다. 소결온도가 더 증가하였을 경우 M_6C 탄화물은 공정형 탄화물로 변화된 것을 관찰할 수 있다. 고속도 공구강에서 탄화물

Fig. 9. SEM images of microstructures sintered at vacuum; (a) 1220°C, (b) 1240°C, (c) 1260°C, (d) 1290°C and (e) 1320°C

의 입내 분산강화가 고강도와 고인성에 중요한데, 이처럼 탄화물의 조대화와 입계 석출, 공정탄화물은 고속도 공구강의 인성과 강도를 낮추는 변수가 된다.

4. 결 론

진공과 질소가스, 수소가스분위기에서 소결을 진행한 결과 수소가스 분위기에선 탈탄으로 인해 높은 경도를 가지지 못하였고, 질소가스 분위기에선 완전 치밀화가 일어나지 못하여 낮은 경도를 가지는 것을 볼

수 있었다. 반면 진공 소결시 고밀도와 고경도를 가지는 것을 알 수 있었으며, 1230~1240°C의 최적의 소결온도 또한 알아낼 수 있었다. 질소가스 분위기에서 소결한 경우 완전 치밀화는 일어나지 못하였지만 1280°C에서 MC 탄화물과 M₆C 탄화물로 인한 경도 증가가 관측 되었으며, 소결온도가 증가 할수록 MC 탄화물 주위에 M₆C 탄화물이 형성되어 경도가 감소되며, 소결온도가 더 증가 했을 경우 M₆C 탄화물이 입계주위에 연속적으로 분포되고 입자성장이 함께 일어나면서 경도가 더 감소되었다. 진공 소결의 경우

1230°C 이상의 소결온도에서 완전치밀화를 얻을 수 있었으며, 탄화물이 잘 분포하고 있는 것을 확인할 수 있었다. 반면 온도가 증가할수록 탄화물과 결정립은 조대화가 되었으며, 탄화물이 입계를 향하여 이동하여 망상조직(network)이 형성되었고, 더 높은 1320°C에서 소결한 경우 공정형 탄화물이 입계에 형성되었다. T42 고속도공구강을 소결 시 수소가스와 질소가스분위기보다 진공에서 더 좋은 정도와 조직을 얻을 수 있는 것을 확인할 수 있었으며, 최종 열처리 후 정도, TRS 특성은 탄화물이 입내에 고르게 분포하고 있고 완전치밀화가 가능한 진공분위기에서 가장 높을 것으로 예상되어, 분말사출성형법으로 성형된 T42 고속도 공구강의 최적의 소결 분위기로 판단된다.

감사의 글

본 연구는 교육과학기술부와 한국산업기술진흥원의 지역혁신인력양성사업으로 수행된 연구결과임.

참고문헌

- [1] R. M. German: Powder Injection Molding, MPIF, Princeton, NJ (1990).
- [2] B. Levenfeld, A. Varez and J. M. Torralba: Metall. Mater. Trans.A, **33** (2002) 1843.
- [3] L. A. Dobrzanski, G. Matula, G. Herranz, A. Varez, B. Levenfeld and J. M. Torralba: J. Mater. Proc. Tech., **175** (2006) 173.
- [4] L. A. Dobrzanski, G. Matula, A. Varez, B. Levenfeld and J. M. Torralba: J. Mater. Proc. Tech., **157-158** (2004) 658.
- [5] A. Varez, J. Portuondo, B. Levenfeld and J. M. Torralba: Mater. Chem. Phys., **67** (2001) 43.
- [6] Z. Y. Liu, N. H. Loh, K. A. Khor and S. B. Tor: Mater. Sci. Eng., **A293** (2000) 46.
- [7] A. Varez, B. Levenfeld, J. M. Torralba, G. Matula and L. A. Dobrzanski: Mater. Sci. Eng., **A366** (2004) 318.
- [8] T. M. Torralba, J. M. Ruiz-Roman, L. E. G. Cambronero, J. M. Ruiz-Prieto and M. Gutierrez-Stampa: J. Mater. Proc. Tech., **64** (1997) 387.
- [9] Z. Y. Liu, N. H. Loh, K. A. Khor and S. B. Tor: Mater. Lett., **45** (2000) 32.
- [10] B. Sustarsic, L. Kosec, M. Henko and V. Leskovsek: Vacuum, **61** (2001) 471.
- [11] S. Gimenez, C. Zubizarreta, V. Trabadelo, I. Iturriza: Mater. Sci. Eng., **A480** (2008) 130.
- [12] H. Asgharzadeh and A. Simchi: Mater. Sci. Eng., **A403** (2005) 290.
- [13] E.-S. Lee, W.-J. Park, J.-Y. Jung and S.-H. Ahn: J. Kor. Inst. Mater., **35** (1997) 784.
- [14] V. Trabadelo, S. Gimenez and I. Iturriza: Mater. Sci. Eng., **A499** (2009) 360.
- [15] V. Trabadelo, S. Gimenez and I. Iturriza: J. Mater. Proc. Tech., **202** (2008) 521.