접합기 마찰교반접합된 Inconel 600/SS 400 합금의 미세조직과 기계적 특성 평가

송국현[†] · Nakata Kazuhiro*

한국생산기술연구원 융합신공정 연구그룹, *오사카대학교 접합과학연구소 에너지프로세스 연구그룹

Evaluation of Microstructure and Mechanical Properties of Friction Stir Lap Jointed Inconel 600/SS 400

Kuk Hyun Song[†] and Kazuhiro Nakata*

Korea Institute of Industrial Technology, 7-47 Songdo-Dong, Yeonsu-gu, Incheon 406-840, Korea

*Joining and Welding Research Institute, 11-1 Mihogaoka, Ibaraki, Osaka 567-0047, Japan

(2011년 12월 26일 접수 : 2012년 2월 14일 최종수정 : 2012년 2월 14일 채택)

Abstract The microstructures and mechanical properties of friction stir welded lap joints of Inconel 600 and SS 400 were evaluated; friction stir welding was carried out at a tool rotation speed of 200 rpm and welding speed of 100 mm/min. Electron back-scattering diffraction and transmission electron microscopy were introduced to analyze the grain boundary characteristics and the precipitates, respectively. Application of friction stir welding was notably effective at reducing the grain size of the stir zone. As a result, the reduced average grain size of Inconel 600 ranged from 20 μm in the base material to 8.5 μm in the stir zone. The joint interface between Inconel 600 and SS 400 showed a sound weld without voids and cracks, and MC carbides with a size of around 50 nm were partially formed at the Inconel 600 area of lap joint interface. However, the intermetallic compounds that lead to mechanical property degradation of the welds were not formed at the joint interface. Also, a hook, along the Inconel 600 alloy from SS 400, was formed at the advancing side, which directly brought about an increase in the peel strength. In this study, we systematically discussed the evolution of microstructures and mechanical properties of the friction stir lap joint between Inconel 600 and SS 400.

Key words friction stir welding, lap joints, microstructure, mechanical properties.

1. 서 론

마찰교반접합은 고상상태에서 접합이 가능한 프로세스로서, 기존의 용융용접에서 주로 관찰되는 blow hole, segregation이나 hot cracking등의 결함발생을 억제할 수 있는 장점이 있다.^{1,2)} 뿐만 아니라, 마찰교반접합의 적용을 통한 교반부의 결정립 미세화는 접합재의 기계적 물성의 향상에도 효과를 나타내는 것으로 보고된 바 있다.^{1,2)} 일반적으로, 니켈기 초합금은 고온에서 물리·화학적 성질이 우수하기 때문에, 화학이나 전력발전 플랜트산업의 주요 부품에 널리 사용되고 있다. 이들 플랜트 산업의 구축이나 보수작업의 일환으로, gas tungsten arc welding (GTAW), electron beam welding (EBW)와 laser welding등의 용융용접이 주로 적용되고 있다.³⁻⁵⁾ 하지만, 니켈기 초합금에

대하여 용융용접을 적용할 경우, 미세조직제어의 한계와 Cr 편석 등의 문제로 인해 접합부의 물리적 성질 향상에 제한적인 것으로 보고된 바 있다.³⁻⁵⁾ 최근, 이러한 문제점들을 해결하기 위해, 니켈기 초합금에 대한 마찰교반접합의 기초연구가 다양하게 수행되어 왔는데, 그 결과, 마찰교반접합의 적용은 미세조직제어와 기계적 물성의 향상에 효과적인 것으로 보고된 바 있다.⁶⁻¹⁰⁾ 이와 같은 기초연구들은 니켈기 초합금에 대한 마찰교반접합의 적용가능성을 평가함에 있어서, 주요한 지침으로 사용되고 있다.

한편, 이종재료간의 접합은 동종재료간의 접합보다 산업적으로 그 쓰임새가 더욱 유용하다. 특히, 구조물의 전체적인 경량화의 관점에서, 이종재료의 접합은 큰 관심사로 떠오르고 있으며, 그 중 고상접합이 가능한 마찰교반접합을 통한 이종재료접합(Al/Mg, Al/Steel and Al/Cu)에 대한 연구가 다양하게 수행되고 있다.¹¹⁻¹³⁾ 하지만, 아직까지 니켈기 초합금과 철강재료간의 이종재료 접합연구

[†]Corresponding author

E-Mail : skhyun7@kitech.re.kr (K. H. Song)

는 수행된 바 없다. 따라서, 이 연구는 Inconel 600과 SS 400간의 겹치기 마찰교반접합을 수행하고, 접합부에서 발현되는 미세조직과 기계적 물성을 구체적으로 평가하고자 수행되었다.

2. 실험 방법

이 연구에 사용된 재료는 Inconel 600과 SS 400이었으며, 이들 합금의 화학조성을 Table 1에 나타내었다. 마찰교반접합을 수행하기 위하여, 시편은 200 mm × 70 mm × 1 mm (Inconel 600, 상부재료)와 200 mm × 75 mm × 10 mm (SS 400, 하부재료)의 크기로 제작되었고, shoulder 직경 15 mm, probe 직경 6 mm와 길이 1 mm 크기를 갖는 WC-Co 톨이 준비되었다. 이를 이용하여 톨 회전 속도 200 rpm과 이송속도 100 mm/min의 조건으로 마찰교반접합을 수행하였고, 마찰교반접합 시 건전한 접합성을 얻기 위하여, 톨을 진행방향에 대하여 3도 가량 기울어진 상태로 유지한 채 접합을 진행하였다. 이 과정에서 접합재 표면의 산화를 방지할 목적으로 접합 시 아르곤 가스를 충분히 흘려주었다.

마찰교반접합된 재료의 거시조직과 미세조직을 관찰하기 위하여, 10 ml HClO₄와 90 ml CH₃OH 용액이 제조되었고, 20 mm × 11 mm 크기로 제작된 시편에 대하여 기계적 연마를 통해 경면을 얻은 후, 준비된 용액을 이용하여 전해연마를 수행하였다. 또한, 접합계면에서 나타나는 MC carbide나 금속간화합물을 관찰하기 위해, 주사전자현미경(scanning electron microscope, SEM)과 에너지 분산형분광계(energy dispersive spectroscopy, EDS)를 도입하여 Inconel 600과 SS 400간의 접합계면 미세조직을 체계적으로 관찰하였다. 이후 마찰교반접합재의 동적재결정 양상과 입계어긋남각분포 등을 분석하기 위해, 전자후방산란회절(electron backscattering diffraction, EBSD)에 의한 분석기법을 도입하였다. 이 때 양호한 회절패턴을 얻기 위해, 시편표면은 기계적 연마 후 진동연마기를 이용하여 추가적으로 연마되었고, FEG-SEM에 부착된 TSL-OIM™을 이용하여 결정립 형상, 결정립 크기, 결정립계 특성 등을 분석하였다. 또한, 투과전자현미경(transmission electron microscopy, TEM)을 이용하여 Inconel 600 접합계면에서 나타나는 나노스케일의 MC carbide를 분석하였다. TEM 분석용 시편은 지름 3 mm, 두께 80 μm를 갖는

Fig. 1. Schematic of (a) tensile and (b) peel tests used in this study.

disc로 제작한 후, 이온연마기를 이용하여 최종 < 10 μm의 시편으로 제작하였다. TEM 분석은 Philips CM-200을 사용하여 가속전압 200 kV의 조건으로 수행되었다.

마찰교반접합된 소재의 기계적 물성을 평가하기 위하여, 비커스 경도, 인장시험과 박리강도시험(Peel test)을 하였다. 경도 측정을 위하여, 시편은 2 mm × 20 mm의 크기로 제작되었고, 기계적 연마를 통하여 시편표면의 경면을 얻은 후 시편의 cross-section면에 대해 경도를 측정하였다. 이에 사용된 장비는 비커스 미소경도기 FM 7465였으며, 다이아몬드 압입자 1 kg의 하중으로 15초간 압입하는 방식으로 측정하였다. 인장시험과 박리강도시험의 경우, Fig. 1에 도시된 바와 같이 폭 10 mm를 갖는 판상 시편으로 제작하여 시험하였다. 인장시험과 박리강도시험은 INSTRON 4481형 기계식 만능재료 시험기를 이용하였고, 상온에서 인장속도 1 mm/min의 조건으로 진행하였고, 각 시편의 강도값은 3회 측정치의 평균값을 취하였다.

3. 결과 및 고찰

겹치기 마찰교반접합된 재료의 거시조직과 미세조직을 Fig. 2에 나타내었다. 이중접합재의 단면을 관찰한 결과, Fig. 2(a)에 나타난 바와 같이, 접합과정에서 발생하는 void나 crack등의 접합결함이 없이 양호한 접합성을 나타내었다. 각각의 접합계면(후진측(b), 중심부(c), 전진측(d))에 대하여 추가적으로 SEM을 분석한 결과, 전진측과 중심부의 경우, Fig. 2(b)와 (c)에 나타난 바와 같이, 미소한 접합결함 없이 양호하게 접합된 것을 확인하였다. 그러나, 전진측의 경우 hook이 Fig. 2(d)에 나타난 바와 같이, SS 400으로부터 Inconel 600 합금을 가로지르며 형성되었다.

EBSD 분석을 통하여 얻어진 Inconel 600 합금의 입계 map을 Fig. 3에 나타내었다. 초기 모재는, Fig. 3(a)에 나타난 바와 같이, 5 μm에서 40 μm정도의 입자들로 구성되어 있었고, 평균입도는 20 μm로 확인되었으며, 결

Table 1. Details of chemical composition on material used in this study.

Materials	Chemical compositions (mass%)								
	Ni	Cr	Fe	S	Si	Cu	C	Mn	P
Inconel 600	74.23	16.01	9.37	0.001	0.16	< 0.01	0.05	0.18	0.003
SS 400	-	-	Bal.	0.02	0.22	-	0.11	0.59	0.017

Fig. 2. (a) Macro- and (b-d) microstructures of jointed materials acquired by SEM. Ret. A and Adv. in figure (a) indicate retreating side and advancing side, respectively. Lowercase insertions: b, c, and d indicate the lap joint interfaces, which are magnified in figures (b), (c), and (d), respectively.

Fig. 3. Grain boundary maps of friction stir welded Inconel 600 acquired by EBSD. (a) Base material and (b) stir zone.

Fig. 4. Misorientation angle distributions of (a) base material and (b) stir zone in Inconel 600.

정립 내부에 다수의 어닐링 쌍정이 분포하고 있었다. 이에 대하여 마찰교반접합한 결과, 교반부는 Fig. 3(b)에 나타난 바와 같이, 모재보다 현저하게 미세화된 결정립 분

포를 나타내었고, 그 결과, 평균입도가 8.5 μm로 감소되었다. 교반부 또한 모재에서 관찰된 바와 같이 입자내부에 어닐링 쌍정이 다수 분포되어 있었다. Fig. 3의 모재

Fig. 5. SEM image and EDS analysis of the hook formed at joint interface between Inconel 600 and SS 400; (a) SEM image, (b) Nik, (c) Fek and (d) CrK.

와 교반부에서 관찰된 입계어긋남각 분포를 Fig. 4에 나타내었다. 모재와 교반부 모두, Fig. 4(a)와 (b)에 나타난 바와 같이, 전체입계 중 고경각입계의 분포가 92% 이상을 차지하였다. 특히, 60도 분포가 두 재료에서 모두 가장 높은 분율을 나타내었는데, 이들은 fcc 금속 중 적층 결함에너지가 낮은 재료에서 주로 생성되는 어닐링 쌍정으로 확인되었다.

전진측에 형성된 hook의 EDS 분석결과를 Fig. 5에 나타내었다. 그림에서 나타난 바와 같이, hook을 제외한 다른 부분들은, Inconel 600합금의 주된 원소인 Ni와 Cr 원소가 검출된 반면, hook의 경우, Fe 원소가 가장 두드러지게 검출됨에 따라, SS 400으로부터 형성된 것임을 알 수 있다. 두 재료간에 형성된 접합면에 대하여 투과전자현미경을 통한 분석결과를 Fig. 6에 나타내었다. Inconel

600 부분은 Fig. 6(a)에 나타난 바와 같이, 200 nm에서 500 nm정도의 크기를 갖는 비교적 미세한 결정립들이 분포되어 있었다. 뿐만 아니라, 50 nm 정도의 MC carbide들이 분포되어 있었는데, 이들은 Fig. 6(b)에 나타난 바와 같이, M_7C_3 carbide들로 확인되었다. 그러나, Inconel 600과 SS 400 접합계면에서 금속간화합물은 관찰되지 않았다.

접치기 마찰교반접합된 재료의 비커스 경도분포를 Fig. 7에 나타내었다. Inconel 600 모재는, Fig. 7(a)에 나타난 바와 같이, 200~210 Hv 정도의 경도분포를 나타내었다. 이에 대하여 마찰교반접합한 결과, 교반부는 모재보다 경도값이 현저히 증가된 235~265 Hv 정도의 분포를 나타내었다. 그러나 SS 400의 경우, Fig. 7(b)에 나타난 바와 같이, 모재와 접합부가 각각 190~230 Hv와 160~190 Hv를 보임으로써, 접합부의 경도분포가 모재보다 현저히 낮은 것으로 관찰되었다.

인장시험과 박리강도시험된 재료의 외관을 Fig. 8에 나타내었다. Inconel 600 합금의 모재는, Fig. 8(a)에 나타난 바와 같이, 시편 전체적으로 변형이 되면서 파단이 일어난 양상을 보였다. 그러나 마찰교반접합된 재료의 경우, Fig. 8(b)에 나타난 바와 같이, Inconel 600의 모재부에서 우선적인 변형이 일어남으로써, 파단이 일어나는 양상을 나타내었다. 박리강도시험의 경우, Fig. 8(c)에 나타난 바와 같이, 전진측에서 관찰된 hook 부분에서 파단

Fig. 6. (a) TEM bright field image and (b) selected area diffraction pattern observed at joint interface of Inconel 600 and SS 400.

Fig. 7. Vickers microhardness distributions of friction stir welded materials. (a) Inconel 600 and (b) SS 400 areas.

이 일어난 것으로 확인되었다.

각각의 재료에서 관찰된 인장강도와 박리강도를 Fig. 9에 나타내었다. Inconel 600 모재의 항복강도와 인장강도는 각각 319 MPa와 656 MPa였으며, 연신율은 51%를 나타내었다. 이에 반해 겹치기 마찰교반접합된 재료의 항복강도와 인장강도는 각각 328 MPa와 663 MPa를 나타냄으로써, 모재보다 다소 강도가 향상되었다. 그러나, 연신율은 50%로써 모재와 큰 차이를 보이지 않았다. 한편, 겹치기 마찰교반접합된 재료의 박리강도는 440 MPa로써, 비교적 높은 박리강도를 갖는 것으로 확인되었다.

Inconel 600 합금에 대하여 마찰교반접합의 적용은 교반부의 결정립 미세화에 효과적이었다. 그 결과, 교반부의 평균결정립이, Fig. 3에 나타난 바와 같이, 8.5 μm 까지 미세화되었다. 이와 같은 교반부의 결정립 미세화는 마찰교반접합 과정을 통해 동반되는 동적재결정 현상으로 설명될 수 있다. 즉, 마찰교반접합은 재료와 툴간의 마찰열과 금속의 소성유동 현상에 근거하여 접합되는 프로세스이기 때문에, 접합 시 큰 변형량과 재결정 되기에 충분한 열을 동반한다.^{1,2)} 이와 같은 현상은 동적재결정이

Fig. 8. Top views of tensile and peel tested specimens. (a) Base material (Inconel 600), (b) lap joints, and (c) peel tested lap joints.

Fig. 9. Tensile and peel strengths of base material (Inconel 600) and friction stir welded materials.

일어나기 쉬운 분위기로 유도하며, 큰 변형량을 통해 얻어진 높은 전위밀도는 더 많은 재결정 핵생성 사이트를 제공하기 때문에, 결정립 미세화에 더욱 효과적이라 할 수 있다. 또한, 접합 후 상온까지의 냉각이 빠른 속도로 진행되기 때문에, 결정립 성장이 억제되는 효과도 있다.⁶⁾ 더욱이, 이 연구에서 사용된 인코넬 600 합금은 중

간의 적층결합에너지($< 100 \text{ mJ/m}^2$)를 갖는 재료이다.¹⁴⁾ 이러한 재료는 동적회복에 의한 전위의 재배열이 어렵기 때문에, 동시 다발적인 재결정 핵생성에 더욱 유리한 조건을 갖고 있다.^{15,16)} 따라서, 인코넬 600 합금에 대한 마찰교반접합의 적용은 재료적인 측면이나 프로세스적인 측면에서 결정립 미세화에 큰 효과를 얻을 수 있다고 할 수 있다.

마찰교반접합의 적용은 Inconel 600 교반부의 경도향상에 기여하였다. 이 또한 전술한 바와 같이, 결정립 미세화의 관점으로 설명될 수 있다. 초기 모재는 190~215 Hv 정도의 경도분포를 갖고 있었으나, 교반부는 Fig. 7(a)에 나타난 바와 같이 235~269 Hv 정도의 분포를 나타냄으로써, 모재보다 20% 가량 경도가 향상되었다. 즉, 평균 결정립 크기가 $20 \mu\text{m}$ (모재)에서 $8.5 \mu\text{m}$ (교반부)로 미세화 됨으로써, 교반부의 경도분포향상에 직접적인 영향을 주었다. 하지만, 하부재료 SS 400은, Fig. 7(b)에 나타난 바와 같이, 경도분포가 감소하는 경향을 나타내었는데, 이는 접합계면 부근의 열 영향에 의해, 상변태와 결정립 성장이 동반되었기 때문이다. 한편, 접합재의 인장강도 또한 모재보다 다소 향상된 경향을 나타내었는데, 이 또한, 경도향상과 같은 맥락으로써, 결정립 미세화의 관점으로 해석될 수 있다. 한편, 겹치기 마찰교반접합 시 전진측에서 하부재료가 상부재료로 역류하는 hook이 종종 관찰되는데, 이러한 현상은 하중에 의한 눌림과 툴 회전 방향의 영향으로, 전진측에서 더 크게 작용하기 때문에 발생하는 것으로서, 이 연구에서 관찰된 바에 의하면, 이들의 형성이 박리저항성을 향상시키는 것으로 나타났다. 그 결과, 일반적인 겹치기 접합재의 박리강도시험 시, 접합계면에서 두 재료가 완전히 분리되는 양상을 보이거나, 이 연구 결과는 Fig. 8(c)에 나타난 바와 같이, 전진측에 형성된 hook 부위에서 파단이 진행된 것으로 나타났다. 따라서, hook의 형성은 박리강도향상에 효과적임을 알 수 있다.

이 연구에서 사용된 툴은 1 mm의 probe를 갖고 있었다. 그 결과, 하부재료인 SS 400을 관통하지 않았으며, void나 crack 등의 결함이 없는 양호한 접합계면을 나타내었다. 일반적으로, 마찰교반접합은 툴 압하에 의한 하중과 재료와 툴간에 발생하는 마찰열을 동반하게 되며, 이러한 현상들은 두 재료간의 혼합적인 소성유동이 없더라도 기계적인 접합을 초래하기도 한다.¹⁷⁾ 한편, 겹치기 접합의 경우, 접합계면에서 두 재료간의 반응에 의해 금속간화합물이 형성되기도 하는데, 이들은 접합재의 기계적 물성향상에 제한적인 요소로 작용하는 것으로 보고된 바 있다.^{11,12)} 그러나, 이 연구에서 금속간화합물은 형성되지 않았고, Fig. 6에 나타난 바와 같이, Inconel 600 부분에서 M_7C_3 의 MC carbide가 부분적으로 형성된 것

으로 확인되었다. 따라서, 접합계면에서 금속간화합물의 부재는 접합재의 강도향상에 직접적인 효과를 나타내었고, 그 결과, 인장시험 시 접합계면 파단이 아닌, Inconel 600 모재부분에서 파단되는 양상을 나타내었다.

4. 결 론

Inconel 600과 SS 400간의 겹치기 마찰교반접합이 성공적으로 수행되었다. 마찰교반접합의 적용은 Inconel 600 합금의 결정립 미세화를 통해 접합재의 기계적 물성을 현저히 향상시키는 결과를 초래하였다. 또한, 접합계면 중 Inconel 600 부분에서 미세한 MC carbide가 부분적으로 형성되었으나, 두 재료의 반응에 의한 금속간화합물은 형성되지 않았다. 이와 같은 금속간화합물의 부재는 접합계면에서 야기될 수 있는 취성을 억제함으로써, 접합재의 강도향상에 긍정적인 역할을 수행하였다. 뿐만 아니라, 전진측에 형성된 hook은 박리저항성을 향상시킴으로써, 박리강도시험 시 접합계면에서 두 재료가 완전히 분리된 양상이 아닌, hook 부위에서 파단된 양상을 나타내었다. 따라서, 마찰교반접합을 통한 Inconel 600과 SS 400의 겹치기 접합은 미세조직 발달을 동반한 기계적 물성의 향상에 효과적임을 알 수 있다.

감사의 글

본 연구는 일본학술진흥회(Japan Society for the Promotion of Science, JSPS)의 재원에 의해 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. R. S. Mishra and Z. Y. Ma, Mater. Sci. Eng. R Rep., **50**, 1 (2005).
2. R. S. Mishra and M. W. Mahoney, Friction Stir Welding and Processing, p. 1-6, ASM Int., Materials Park, Ohio (2007).
3. O. A. Ojo, N. L. Richards and M. C. Chaturvedi, Scripta Mater., **50**, 641 (2004).
4. C. A. Huang, T. H. Wang, W. C. Han and C. H. Lee, Mater. Chem. Phys., **104**, 293 (2007).
5. J. D. Kim, C. J. Kim and C. M. Chung, J. Mater. Process. Tech., **114**, 51 (2001).
6. K. H. Song and K. Nakata, Kor. J. Mater. Res., **21**, 410 (2011) (in Korean).
7. K. H. Song, T. Tsumura and K. Nakata, Mater. Trans., **50**, 1832 (2009).
8. K. H. Song and K. Nakata, Mater. Trans., **50**, 2498 (2009).
9. K. H. Song and K. Nakata, Mater. Des., **31**, 2942 (2010).
10. K. H. Song and K. Nakata, J. Alloy. Comp., **505**, 144

- (2010).
11. Y. C. Chen and K. Nakata, Scripta Mater., **58**, 433 (2008).
12. Y. C. Chen, T. Komazaki, Y. G. Kim, T. Tsumura and K. Nakata, Mater. Chem. Phys., **111**, 375 (2008).
13. A. Abdollah-Zadeh, T. Saeid and B. Sazgari, J. Alloy. Comp., **460**, 535 (2008).
14. P. Lin, G. Palumbo, U. Erb, K.T. Aust, Scripta Metall. Mater., **33**, 1387 (1995).
15. F. J. Humphreys and M. Hatherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, 1st ed., p. 21-24, Elsevier Ltd., Oxford, UK (1996).
16. R. E. Reed-Hill and R. Abbaschian, Physical Metallurgy Principles, 3rd ed., p. 247-249, PWS, Boston, USA (1991).
17. Y. C. Chen and K. Nakata, Mater. Des., **30**, 3913 (2009).