레이저 적층제조로 제작한 Ti-6Al-4V 합금의 열처리 전후 조직 및 기계적 특성에 관한 연구

천 창 근^{*,†} · 김 성 욱^{*}

^{*}포항산업과학연구원

The Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Behaviors of Laser Direct Energy Deposited Ti-6Al-4V Plate

Chang-keun Chun^{*,†}, and Sung-wook Kim^{*}

^{*}Research Institute of Industrial Science & Technology, Pohang, 37673, Korea

[†]Corresponding author : ckchun@rist.re.kr

(Received September 12, 2018 ; Revised October 7, 2018 ; Accepted October 19, 2018)

Abstract

The present work investigates the microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V fabricated using directed energy deposition(DED) additive manufacturing process. Specially, the mechanical properties and microstructures of the Ti-6Al-4V plate with post-process heat treatment were studied. Rectangular parts were built in the Argon gas shielding box with condition laser power 280W, 310W, 340W. The as-built plates were heated to 954°C below b-transus and then furnace cooled after holding for 2hours. The yield and ultimate tensile strength values for the building layer as-built plate in laser power 280W of 1,105±21 and 1,224 ± 10MPa respectively are different from values obtained from the building layer with post-process heat treatment of 789 ± 5 and 886 ± 9 MPa. There is also a significant difference in the elongation between as-built plate and post-process heat treatment plate with an engineering strain to failure of 3.5± 0.7% and 12.1± 1.1% in the plate. The microstructure in post-process heat treatment plate consists mostly of widmanstätten structure, whereas the as-built plate consists of martensitic structure in the columnar prior-β grain.

Key Words : Additive manufacturing, Post-process heat treatment, Ti-6Al-4V, Microstructure of Ti-6Al-4V

1. 서 론

타이타늄 합금은 높은 비강도 및 내식성으로 항공 및 의료, 발전, 스포츠 산업에 주로 적용되고 있지만 주조성과 가공성, 성형성이 떨어지는 단점이 있다. 이러한 단점들을 극복할 수 있는 대표적인 제조공정은 적층제조(additive manufacturing)로 타이타늄 합금이 적층제조에 가장 많이 사용되는 소재이다¹⁾. 하지만 Ti-6Al-4V를 적층제조하면 급속한 용융 및 응고 등 복잡한 열이력 때문에 주조재나 단조재보다 복잡한 형상의 조직 특성을 나타낸다. 또한 적층 방향에 따라 형성되는 결정립의 이방성과 부품 형상에 따른 열이력이 다른 조직

의 이방성도 발생하는 문제가 있다²⁾. 일반적으로 레이저 분말적층용융(PBF, powder bed fusion) 적층제조 방식은 입열량이 약 0.1~0.5Jmm⁻¹이므로 매우 빠른 냉각속도를 동반한다³⁻⁵⁾. 따라서 응고조직을 관찰하면 가늘고 긴 침상 마르텐사이트가 대부분 형성된다. 반면 레이저 직접분사적층(DED, directed energy deposition) 적층제조 방식은 입열량이 PBF 적층제조 방식보다 수 백배 수준으로 제조시편의 형상에 따라 PBF 적층제조 공정보다 두께가 증가한 침상 마르텐사이트나 층상 비드만스테텐(widmanstätten) 구조를 가지는 것이 일반적이다⁶⁻⁸⁾.

본 연구에서는 Ti-6Al-4V를 직접분사 적층제조 방식으로 직육면체 시험편을 제조하여 외관분석과 레이저

출력변화에 따른 적층 효율을 측정하였다. 또한 적층 시험편의 열처리 전후에 따라 기계적인 물성과 조직특성이 어떻게 변화하는지 분석하였다. 추가적으로 산소 함유량을 측정하여 적층제조 공정 중에 산소 유입을 확인하였다.

2. 실험장치 및 방법

2.1 적층제조 장치 및 적층방법

본 연구에서는 ㈜인스트에서 제작한 레이저 직접분사 적층제조 시스템으로 실험을 수행하였으며, 장치는 2kW 파이버 레이저(CW, 1070nm), 분말 송급기, 빔 전송 광학계, 불활성가스 공급장치, Gantry 3축 스테이지 등으로 구성되어 있다. 금속분말은 회전하는 드럼을 통한 자유 낙하방식으로 동축 노즐을 통해 Ar 가스와 함께 용융지에 분사되는 방식이며 자세한 헤드와 노즐 구조는 Fig. 1과 같다.

시험편은 Fig. 2에 나타난 바와 같이 50mm × 100mm × 10mm 크기의 Ti-6Al-4V 기판 위에 Ti-6Al-4V 분말을 분사하여 제조하였다. 적층방식은 층별로 적층 방향을 달리하여 한층은 x방향 다른 한층은 y방향으로 한 직교 방식을 적용하고, 층과 층 사이 노즐 이동 간격은 0.25mm로 설정하여 모두 24층을 적층하였다. 적층속도는 0.85m/min, 분말 송급량은 1.5g/min으로 고정하여 총 529.4g을 분사하였으며 분말송급가스 유량은 2ℓ/min, 보호가스유량은 8.5ℓ/min로 설정하였다. 레

Fig. 1 Schematic of head and coaxial nozzle

Fig. 2 Specification and deposition pattern of specimen

이저 출력은 280W, 310W, 340W 세가지로 설정하여 입열량을 조정하였다.

2.2 실험 재료

타이타늄 분말 제조는 가스 아토마이징(gas atomizing) 방식과 플라즈마 아토마이징(plasma atomizing) 방식이 주로 사용되는 데 일반적으로 플라즈마 아토마이징 방식이 좀 더 구형도가 높은 것으로 알려져 있다.⁹⁾ 본 연구에서는 플라즈마 아토마이징 방식으로 제조한 AP&C사의 분말을 사용하였으며 Fig. 3에서 보는 바와 같이 가스 아토마이징 방식으로 제조한 TLS사 분말보다 구형도가 높은 것을 알 수 있다. 평균 분말입도는 Fig. 4에서와 같이 약 93.861μm 크기인 62.590~139.141μm 정도의 입도분포를 보였다. 분말 송급특성은 ASTM 규격으로 측정한 결과 유동도(flow rate)는 27(sec/50g), 겉보기밀도(apparent density)는 2.58(g/cc), 탭밀도(tap density)는 2.8(g/cc)이었으며 상세한 분말조성은 Table 1과 같다.

Fig. 3 SEM shape image of the Ti-6Al-4V powder

Fig. 4 Size distribution of the Ti-6Al-4V powder

Table 1 Chemical composition of the Ti-6Al-4V powder

	C	O	N	H	Fe	Al	V	Etc.	Ti
Measured (wt%)	0.01	0.08	0.01	0.002	0.21	6.38	3.89	<0.4	Bal
ASTM F3001 (wt%)	0.08	0.13	0.05	0.012	0.25	5.5~6.5	3.5~4.5	0.4	Bal

3. 실험 결과

3.1 적층부 외관 및 적층율 분석

타이타늄은 산화성이 높은 금속으로 불활성 가스로 용융지를 충분히 보호하지 못하면 산화되어 변색이 발생된다. 본 연구에서 사용한 동축 노즐은 Fig. 1에서 보는 바와 같이 분말송급 가스와 함께 분말이 송급되는 라인과 보호 가스와 레이저빔이 공급되는 라인으로 나누어 구성되어 있다. 노즐에서 공급되는 보호 가스와 분말송급 가스만으로 적층부 산화를 방지할 수 있는지 시험한 결과 Fig. 5에서 보는 바와 같이 평면부에는 약간의 변색, 측면부에는 심한 변색과 균열이 발생하였다. 이러한 문제점을 해결하기 위하여 실딩박스(shielding box)를 사용하여 용융지 전체를 차폐하여 적층한 결과 평면부와 측면부에 은백색에 가까운 표면을 관측되었으며 균열은 보이지 않았다.

제시한 공정인자로 적층한 결과 레이저 출력에 따라 시험편의 두께가 각각 다르게 측정되었는데, 그 이유는 레이저 출력이 증가할수록 시험편의 입열량이 증가하여 용융지 직경이 약간 증가되면서 적층 효율이 증가한 것으로 추정된다. 레이저 출력에 따라 적층된 시험편의 질량을 측정하는 방식으로 각 시험편의 적층 효율을 계산해보니 Fig. 6에서와 같이 레이저출력 280W에서 23.42%, 310W에서 25.78%, 340W에서 29.98%로 차이가 있는 것을 알 수 있었다.

[적층효율 계산식] (적층된 시험편의 질량)/(시험편 적층에 사용된 총 분말의 질량) × 100(%)

3.2 적층 후 기계적 물성 및 조직 분석

적층 후 시험편의 인장시험을 하기 전에 기계적 물성에 영향을 주는 산소 함유량을 먼저 측정하였다. 타이타늄 적층 시 대기 차폐장치가 없는 경우 레이저 출력

Fig. 6 Deposition efficiency of specimen

Fig. 7 Oxygen concentration of specimen

이 증가할수록 용융지가 넓어져 적층 시험편에 포함되어 있는 침입형 원소인 산소농도가 증가하여 산소농도에 비례하여 인장강도 및 항복강도의 증가되는 것이 일반적이다. 본 연구에서 설치한 공기 차폐 장치 내에서 적층한 시험편에서는 Fig. 7에서와 같이 레이저 출력 280~340W 구간에서는 적층하기 전 분말에 포함되어있는 산소농도 760~790ppm 보다 약간 증가된 1,600~1,700ppm의 분포를 보였고, 출력 범위 내에서 큰 산소농도 차이는 없는 것을 확인하였다.

적층한 시험편에서 Fig. 8과 같이 4개의 인장시험편을 채취하여 x방향으로 인장 시험한 결과 Table 2와 같이 레이저 출력에 따라 약간의 차이가 있지만 항복강도는 ASTM B988 규격대비 30~33%, 인장강도는 33~37% 각각 높게 나왔다. 반면에 연신율은 ASTM 규격보다 현저히 낮은 3% 중반을 가지기 때문에 적층한 상태로는 규격 부품에 바로 사용할 수 없는 수준을 보이고 있다.

적층제조로 제조한 Ti-6Al-4V 시험편의 낮은 연신율은 주로 적층부 내부에 남아있는 미용융 분말이나 작은

Fig. 5 Appearance of specimen after deposition

Fig. 8 Schematic of the tensile test specimen

Table 2 Mechanical properties of specimen as-built

Laser power	Yield strength (MPa)	Ultimate tensile strength (MPa)	Elongation (%)
280W	1,105±21	1,224±10	3.5±0.7
310W	1,094±9	1207±8	3.3±0.3
340W	1,083±9	1195±10	3.5±0.7
ASTM B988	828	895	10

기공들이 주요 원인이고 그 밖에 변태조직이나 낮은 결합력 등도 영향을 미친다. 본 연구에서 레이저출력 340W로 제작한 시험편의 경우 인장 시험한 후 파단면을 SEM으로 관측한 결과 미용융 분말들은 관측되지 않은 반면, 깊은 가로 크랙들과 직경이 작고 매우 얇은 깊이의 연성파단들이 관측되었다. 이러한 깊은 가로 크랙들은 적층할 때 층과 층 사이에 분말들이 완전 용융되지 않아 결합이 약한 상태로 남아있다가 인장방향으로 힘을 가했을 때 결합부가 분리되면서 가로 형태의 크랙이 발생하는 것으로 추정된다. 이를 뒷받침하는 하나의 근거는 본 연구에서 적층시험을 제작할 때 층과 층 사이의 간격을 약 250um로 설정하여 작업하였는데 Fig. 9에서 발생한 가로 크랙들 사이의 z방향 간격이 이와 거의 유사한 길이를 나타내었다. 이러한 깊은 가로 크랙들은 레이저출력을 높이거나 적층속도를 줄여 시험편의 입열량을 충분히 증가시켜 분말들을 완전히 용융시키거나 HIP(hot isostatic press) 또는 후열처리 등을 수행하면 결합력을 높일 수 있을 것으로 판단된다¹⁰⁾.

Fig. 10은 적층부를 광학현미경으로 촬영한 미세조

Fig. 9 SEM image of fracture surface after tensile test in as-built

(a) Optical micrographs showed at x-direction

(b) Optical micrographs showed at z-direction

Fig. 10 Optical micrographs of each build direction

직으로 단조 조직에 비하여 결정립이 더 큰 크기로 관찰되었으며 어둡게 관찰된 결정립과 밝게 관찰된 결정립으로 구분된다. Fig. 10(a)는 x 방향에서 본 적층 단면을 나타내는 것으로 수직방향으로 길게 성장한 초기(prior)- β 결정립의 셀형 수지상(cellular dendrite) 조직을 보이고 있다. 이러한 수직방향으로 성장한 셀형 수지상 조직은 기관 위에 분말을 적층 후 냉각 시 기관 방향이라는 것을 의미한다. 각 초기- β 결정립 내부는 모두 침상의 마르텐사이트 조직이 관측되는 것으로 보아 β -천이 온도까지 냉각속도는 1,000°C/min 이상 급격하게 냉각된 것으로 판단된다. Fig. 10(b)는 적층 수직방향 단면으로 약 0.2~0.5mm 크기의 조대한 결정립을 가진 등축정 모양이 관측되며 각 결정립 내부도 가늘고 긴 침상의 마르텐사이트 조직이 관측된다. 보다 정확하고 자세한 분석을 위하여 EBSD 분석을 진행하였으며 Fig. 11은 적층부에서 α - β 상분율을 관찰한 것으로 각각 α 상이 95.3%, β 상이 4.7%인 것으로 확인되었다. 일반 주조 또는 압연 조직보다 β 상분율이 낮은 것으로 보아 적층 후 냉각속도가 매우 높다는 것을 알 수 있다.

일반적으로 마르텐사이트와 비드만스테텐(widmanstätten) 조직은 β 상이 α 상으로 변태하는 과정에서 생성되며 용체화처리와 시효처리의 온도 및 시간에 의해

Fig. 11 EBSD of specimen as-built

결정된다. 마르텐사이트 온도 이상에서 급냉하면 β 상은 즉시 마르텐사이트 조직으로 무확산 변태되며 비드만스테텐 조직은 β 상으로부터 냉각속도가 느릴 경우에 α 상들이 우선 결정 방위면을 따라 핵생성과 성장을 함으로써 발생된다¹¹⁻¹²⁾. 비드만스테텐 조직은 마르텐사이트 조직보다 강도는 낮지만 연성이 높은 특성이 있으므로 본 연구에서는 적층제조하여 제작한 시험편을 열처리하여 연성을 향상시키고자 하였다.

3.3 열처리 후 기계적 물성 및 조직 분석

적층된 Ti-6Al-4V를 마르텐사이트 상변태 온도보다 낮은 600℃ 근처에서 몇 시간 동안 열처리하면 적층 후 남아있는 잔류응력만 줄이는 효과가 있고 마르텐사이트를 완전히 없앨 수 없다. 그리고 β -변이온도 보다 훨씬 높은 1200℃에서 몇 시간 동안 열처리하면 $\alpha + \beta$ 층상 조직이 얻어진다. 본 연구에서는 이들 온도의 중간 지점인 Fig. 12와 같이 954℃도에서 용체화 열처리(solution heat treatment)를 수행하였다. 용체화 열처리는 고용화를 촉진시켜 각 층간 결합력을 상승시키고 동시에 조직을 변태시켜 연신율을 향상시키는 효과가 있다. Table 3는 용체화 열처리를 실시한 후 인장시험 결과를 표시한 것으로 인장강도 및 항복강도는 약간 줄었지만 연신율은 열처리 이전보다 많이 향상된 12% 이상을 나타내었다.

Fig. 13은 인장시험 후 파단면을 관찰한 것으로 Fig. 9에서 관측되었던 깊은 가로 크랙들은 보이지 않고 상대적으로 직경이 크고 깊은 딩플(dimple)들이 관측되

Fig. 12 Solution heat treatment

Table 3 Mechanical properties of specimen after solution heat retreatment

Laser power	Yield strength (MPa)	Ultimate tensile strength (MPa)	Elongation (%)
280W	789±5	886±9	12.1±1.1
310W	788±6	886±7	12.7±1.0
340W	792±6	888±7	12.1±0.4

Fig. 13 SEM image of fracture surface after solution heat treatment

Fig. 14 EBSD of specimen after solution heat treatment

었다. 이는 용체화 열처리를 수행하면 남아있는 미용용 분말들의 고용화가 진행되면서 층간 결합력도 상승한다는 것을 짐작할 수 있다. 또한 열처리하는 동안 Fig. 11에서 관측되었던 침상의 마르텐사이트 조직은 사라지고 변태하여 Fig. 14에서 보는 바와 같이 3~7 μ m 폭을 가진 조대한 층상 비드만스테텐 조직이 관측되었다. EBSD를 통한 상분율 관측한 결과 α 상이 96.6%, β 상이 3.4%으로 열처리 전에 비하여 α 상이 약간 상승하였는데 열처리하는 동안 β 상 일부가 α 상으로 변환된 것으로 판단된다.

4. 결 론

레이저 직접분사 적층제조 방식으로 Ti-6Al-4V 시험편을 제조하여 적층 효율 및 열처리 전후 기계적 물성, 미세조직을 검토한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 불활성 실딩박스 내에서 레이저 출력을 변화시키면서 적층 시험편을 제조한 결과 레이저 출력 280W에서 23.42%, 310W에서 25.78%, 340W에서 29.98%로 입열량이 증가할수록 적층 효율이 증가하였다.

2) 적층한 시험편의 인장시험 결과, 항복강도는 ASTM B988 규격대비 30~33%, 인장강도는 33~37% 각각 높게 나왔으나 연신율은 ASTM 규격보다 낮은 3% 중반을 가졌으며, 파단면에 취성 파단과 깊은 가로 크랙들이 관측되었다. 미세조직은 적층 방향으로 길게 성장한 초기- β 결정립의 셀형 수지상 조직을 보이고 있으며 각 결정립 내부는 가늘고 긴 침상의 마르텐사이트 조직이 관측되었다.

3) 적층한 시험편을 β -천이온도 이하 954°C도에서 용체화 열처리를 수행하여 인장 시험한 결과 인장 및 항복강도는 약간 줄었지만 연신율은 약 12%까지 향상되었다. 파단면에는 가로 크랙들이 보이지 않고 크고 깊은 딥들이 관측되었으며 침상의 마르텐사이트 조직은 3~7 μ m 폭을 가진 조대한 층상 비드만스테텐 조직으로 변태되어 있었다.

후 기

본 연구는 산업통상자원부 장비연계형 3D프린팅 소재기술개발 산업의 표면정밀도 7 μ m급 대형부품 직접제조용 금속 3D프린터 개발 사업(과제번호 10053878)의 지원을 받아 수행되었음

ORCID: Chang-keun Chun: <https://orcid.org/0000-0001-7945-0749>

ORCID: Sung-wook Kim: <https://orcid.org/0000-0002-9682-4674>

References

1. Sungwook Kim, and Chang-Keun Chun, Trend of DED type Additive Manufacturing Technology for Titanium, *Journal of Welding and Joining*, 35(4) (2017), 23-28
<https://doi.org/10.5781/JWJ.2017.35.4.4>
2. Sarah Wolff, Taekyung Lee, Eric Faieron, Kornel Ehmann, Jian Cao, Anisotropic properties of directed energy deposition (DED)-processed Ti-6Al-4V, *Journal of Manufacturing Processes*, 24 (2016), 397-405
<https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2016.06.020>
3. Beth E. Carroll, Todd A. Palmera, and Allison M. Beese, Anisotropic tensile behavior of Ti-6Al-4V components fabricated with directed energy deposition additive manufacturing, *Acta Materialia*, 87 (2015), 309-320
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.12.054>
4. Bey Vrancken, Lore Thijs, Jean-Pierre Kruth, Jan Van Humbeeck, Heat treatment of Ti6Al4V produced by selective laser melting: microstructure and mechanical properties, *Journal of Alloys Compd*, 541 (2012), 177 - 185
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.07.022>
5. T. Vilaro, C. Colin, J.D. Bartout, As-fabricated and heat treated microstructures of the Ti-6Al-4V alloy processed by selective laser melting, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42(10) (2011), 3190-3199
<https://doi.org/10.1007/s11661-011-0731-y>
6. E.Brandl, V.Michailov, B.Viehweger, C.Leyens, Deposition of Ti-6Al-4V using laser and wire, *Surface and Coatings Technology*, 206(6) (2011), 1130-1141
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.07.094>
7. J. Alcisto, A. Enriquez, H. Garcia, S. Hinkson, T. Steelman, E. Silverman, P. Valdovino, H. Gigerenzer, J. Foyos, J. Ogren, J. Dorey, K. Karg, T. McDonald, O.S. Es-Said, Tensile properties and microstructures of laser-formed Ti-6Al-4V, *Journal of Material Engineering and Performance*, 20(2) (2011), 203-212
<https://doi.org/10.1007/s11665-010-9670-9>
8. Nikolas Hrabe, Timonhthy Quinn, Effects of processing on microstructure and mechanical properties of a titanium alloy (Ti-6Al-4V) fabricated using electron beam melting (EBM), Part 2: energy input, orientation, and location, *Material Science and Engineering A*, 573 (2013), 271-277
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.02.065>
9. G. Chen, S.Y.Zhao, P.Tan, J.Wang, C.S.Xiang, H.P.Tang, A comparative study of Ti-6Al-4V powders for additive manufacturing by gas atomization, plasma rotating electrode process and plasma atomization, *Powder Technology*, 333 (2018), 38-46
<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.04.013>
10. A.M.Beese and B.E.Carroll, Review of mechanical properties of Ti-6Al-4V made by laser based additive manufacturing using powder feedstock, *JOM*, 68(3) (2016), 724-734
<https://doi.org/10.1007/s11837-015-1759-z>
11. Todd A. Book, Michael D. Sangid, Strain localization in Ti-6Al-4V Widmanstätten microstructures produced by additive manufacturing, *Materials Characterization*, 122(2016), 104-112
<https://doi.org/doi.org/10.1016/j.matchar.2016.10.018>
12. Brian I. Hayes, Thomas K. Ales, Samuel J.Kujr, Predicting tensile properties of Ti-6Al-4V produced via directed energy deposition, *Acta Materialia*, 87(2015), 309-320
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.05.025>