직접분사방식 3D프린팅에 의한 철-니켈계 이종소재 경사적층공정 연구

김 성 욱^{*,†} · 천 창 근^{*}

^{*}포항산업과학연구원 산업소재연구그룹

Fe-Ni base Functionally Graded Deposition by Direct Energy Deposition Additive Manufacturing Process

Sungwook Kim^{*,†} and Chang-Keun Chun^{*}

^{*}Industrial material research group, RIST, Pohang, 37673, Korea

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

(Received July 22, 2020 ; Revised August 10, 2020 ; Accepted August 18, 2020)

Abstract

A FGM(Functionally Graded Material) structure has been implemented through various processes to compensate for the functional limitations of dissimilar materials and composite materials. The scope of application of FGMs is expected to widen because the local application of the material to desired areas is possible with the recent development of 3D printing technology. In particular, the 3D printing process using the DED(Directed Energy Deposition) method can be a combination of various materials, and it can be said to be a suitable process for realizing an FGM structure because density control by changing the structure and heat input is also possible.

In this study, to compose a dissimilar structure between steel and nickel materials, the deposition of dissimilar materials between STS316L and IN625 was performed. In particular, evaluation of the microstructure and mechanical properties according to each composition ratio by applying the FGD(Functionally Graded Deposition) structure. In the FGD interface of STS316L and IN625, the distribution of the component was confirmed for each composition ratio, and cracks were observed in the section having the combination of STS316L(80wt.%):IN625 (20wt.%). As a result of confirming the mechanical properties, fractures were observed in a similar section, but the un-melt phase was also observed inside, so it is considered that the relationship between microstructural and mechanical properties needs further study.

Key Words : Additive manufacturing, DED(Directed Energy Deposition), FGD(Functionally Graded Deposition), STS316L, Inconel625

1. 서 론

3D프린팅 기술은 항공산업을 비롯하여 발전, 국방, 의료 등 산업 전반에 확산 보급되고 있는 추세이다. 공정에 따라 단일 또는 이종소재의 적층이 가능하며, 특히 직접분사(DED, Directed Energy Deposition) 공정의 경우 다양한 소재의 적용 및 조합이 가능하여 향후 응용범위가 확대될 전망이다¹⁻³⁾.

최근 이종소재간 접합 및 적층의 필요성이 대두되고 있고, 계면에서 소재간 물성차이에 의한 계면분리, 파

단 등의 문제점이 발생하는 바 이를 해결하기 위한 경사소재(FGM, Functionally Graded Material)구조에 대한 연구도 활발하게 진행되고 있다⁴⁻⁶⁾.

경사계면을 구현하기 위해 TIG용접, 마찰교반용접, 코팅, 소결, SPS, 주조, 3D프린팅 등의 공정들이 연구되고 있으며⁷⁻¹²⁾, 이 중에서 3D프린팅은 원하는 소재를 소량으로 국부적인 부분에 적층하는 것이 가능하므로, 경사적층을 구현하기에 적합한 공정으로 검토된다^{13,14)}. 특히, 최근에는 직접분사 적층공정을 이용한 철강 및 니켈 소재의 경사적층에 대한 연구가 활발하게 진행되고 있다¹⁵⁻¹⁸⁾.

Fig. 1 Schematic diagram of FGD interface (Functionally graded Deposition)

본 연구에서는 부품보수를 위한 3D프린팅 적용 시 직접분사 적층공정을 이용한 경사적층 적용가능성을 파악하고자 Fig. 1과 같이 철강 및 니켈합금 간의 적층 시험을 진행하였다. 적층소재로는 적층성능이 우수하면서, 많이 활용되고 있는 STS316L 및 IN625를 선정하였다. 향후 다양한 소재에 대한 조합이 필요할 것으로 사료되며, 추가적인 조성계의 시험평가를 통하여 적층부의 물성향상을 개선해 나가고자 한다.

2. 실험방법

2.1 대상소재

본 연구에서는 이중소재 간 적층을 위해 기존에 상용 소재로 비교적 많이 사용되고 있는 철계 STS316L 분말과 니켈계 IN625 분말을 사용하였다. STS316L 분말은 TLS社, IN625 분말은 Kennametal社에서 제조되었으며, Fig. 2와 같이 각 분말은 가스아토마이징에 의한 구형을 형성하고 있다. 입도분포는 STS316L이 70~156 μm (D50, 104 μm), IN625가 67~153 μm (D50, 101 μm)인 것으로 파악되었다.

분말 간 물성을 비교하면, STS316L과 IN625 간 밀도는 각각 8.03g/cc, 8.34g/cc로 큰 차이가 없으며, 용점은 각각 1390~1440 $^{\circ}\text{C}$, 1290~1350 $^{\circ}\text{C}$ 로 약 100 $^{\circ}\text{C}$ 의 차이가 있다. 또한 경도는 200 및 188Hv로 STS316L이 약간 높은 수준으로 두 소재간 적층시 물성차이는 크지 않을 것으로 예상된다. 소재별 화학조성은 Table 1에 나타내었다.

Table 1 Chemical compositions of used powder (wt.%)

	Fe	Ni	Cr	Mo	Mn	Nb+Ta	C	Al	Ti	S	P	N	Si
STS16L	Bal.	12.70	17.80	2.37	1.42	-	0.018	-	-	0.009	0.017	0.09	0.67
IN625	3.79	Bal.	21.36	8.95	<0.10	3.61	0.009	<0.40	<0.40	0.001	<0.010	0.01	-

Fig. 2 Powder shape and size distribution (a) STS316L (b) IN625

각각의 분말에 대하여 직접분사적층에 대한 적용성을 검토하기 위해 유동성 및 겉보기 밀도를 측정한 결과, STS316L의 유동도는 12.8sec/50g, 겉보기 밀도는 4.13g/cc 수준이며, IN625의 유동도는 13.4sec/50g, 겉보기 밀도는 4.62g/cc 수준인 것으로 파악되었다. 이를 통하여 자중방식에 의한 분말송급 시 분말 차이에 의한 조성비의 변화 및 유동성에는 문제가 없을 것으로 판단되었다.

2.2 적층방법

경사적층을 위한 시험장비는 자체보유의 RAM-1000 직접분사 적층장치를 이용하였으며, 이종소재 적층을 위해 2종 소재 동시적층이 가능한 방식으로 송급장치를 개선하여 적용하였다. 주요 공정변수로는 레이저 출력 및 분말 송급량 등을 고려할 수 있는데, 사전 예비 실험을 진행하여 Table 2와 같이 최적 공정조건으로 레이저출력 700W, 분말송급량 5g/min으로 설정하여 적용하였다.

Fig. 3은 경사적층을 구현하기 위해 각 소재간 조합의 적층구조를 도식화한 것이다. 적층용 베이스플레이트로는 100x50x10t의 S45C를 이용하였고, 하단에서부터 STS316L (100wt.%), STS316L(80wt.%):IN-625(20wt.%), STS316L(60wt.%):IN625(40wt.%), STS316L(40wt.%):IN625(60wt.%), STS316L(20wt.%):IN625(80wt.%), IN625(100wt.%)의 분말 조합비로 설정하였다. 적층 높이는 각 구간당 5mm씩 총 30mm 및 인장시험을 위한 100mm로 설정하여 적층하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 경사적층부 단면 및 조성분포

경사적층을 통한 적층물의 외관 및 단면은 Fig. 4와 같다. 적층계면을 보면, S45C와 STS316L과의 계면

Table 2 Process parameters for laser deposition

Deposition mode	Zigzag
Laser power	700 W
Deposition speed	900 mm/mm
Gas flow	Powder Carrier : 2 l/min, Shield : 5 l/min
Powder flow	5 g/min

Fig. 3 Schematic diagram of functionally graded deposited layers

Fig. 4 Functionally graded deposited specimen and cross sectional structure

은 수평에 가깝고, 상부로 갈수록 곡률이 증가하는 것을 관찰할 수 있다. 이는 직접분사 적층방식의 3D프린팅에서 적층물 주변에 적층소재가 없이 분사되는 분말로만 적층이 이루어지고, 응고시 열은 주로 하부로만 빠져나가므로 본 연구에서와 같이 적층되는 면적이 작을수록 가장자리에서의 처짐이 발생하여 상부 끝단으로 갈수록 약간 굴곡된 형상이 발생한 것으로 사료된다. 본 연구에서는 형상의 구현보다는 적층물의 내부품질 구현목적으로 공정조건을 설정하였고, 설계된 바와 같이 조성비에 따라 적층라인이 관찰되고 있다.

Fig. 5는 수직 단면에 대하여 매크로 및 마이크로 조직을 관찰한 것이다. 음영차에 의해 각 조성비에 따른 계면을 관찰할 수 있으며, 각 조성비의 구간에서는 적층에 따른 세부 레이어를 볼 수 있다. 각 구간을 따른 세부 레이어는 STS316L의 구간에서 더욱 뚜렷하게 관찰된다. 본 실험에서는 스캔모드를 ZIGZAG로 적용하였기 때문에 서로 반대되는 패턴이 교차로 나타나고 있다.

Fig. 5 Macro- and micro-structures of deposited layers

Fig. 6 Elemental distribution of functionally graded deposited layers

Fig. 6과 같이 EDS 라인분석을 통해 경사적층 시편의 구간별 조성변화를 관찰한 결과 구간별 조성비가 비교적 균일한 Cr을 제외하고 모든 성분에서 농도 변화가 뚜렷하게 나타났다.

Fe성분을 비교시 STS316L(80wt.%):IN625(20wt.%)는 54.2wt.%, STS316L(60wt.%):IN625(40wt.%)는 43.4wt.%, STS316L(40wt.%):IN625(60wt.%)는 32.3wt.%, STS316L(20wt.%):IN625(80wt.%)는 23.3wt.%으로 IN625의 비율이 증가함에 따라 감소하는 것으로 파악되었고, Ni성분을 비교하면, STS316L(80wt.%):IN625(20wt.%)는 24.3wt.%, STS316L(60wt.%):IN625(40wt.%)는 39.5wt.%, STS316L(40wt.%):IN625(60wt.%)는 53.6wt.%, STS316L(20wt.%):IN625(80wt.%)는 67.4wt.%으로 IN625의 비율이 증가함에 따라 증가하는 것으로 파악되었다. 이는 Fe의 이론적인 합금성분비인 STS316L(80wt.%):IN625(20wt.%)는 52.7wt.%, STS316L(60wt.%):IN625(40wt.%)는 40.5wt.%, STS316L(40wt.%):IN625(60wt.%)는 28.2wt.%, STS316L(20wt.%):IN625(80wt.%)는 16.0wt.%와 거의 유사하며, 분말 혼합비에 따른 적층부의 성분차이가 반영되는 것으로 사료된다.

Fe는 각 경계면에서 농도 변화가 크고, 구간 내에서는 일정한 형태의 계단식 그래프를 나타내고 있다. 이는 같은 구간 내에서 용융 적층 시 Fe 원자가 고르게 혼합되어 균일한 농도 분포를 가지는 것으로 판단된다. 반면, Nb, Mn은 그래프의 변화폭이 크고, 구간 별 경계가 뚜렷하지 않다. 이는 상대적으로 미량 원소로 존재하는 Nb, Mn이 석출물을 형성하여 조직 내 농도 분포가 균일하지 못한 것으로 판단된다. 또한, Nb, Mn, Mo의 경우, 중간 구간에서 그래프의 기울기가 선형관

계를 가지는데, 이는 다중 적층부의 응고시 편석에 기인한 것으로 사료된다.

3.2 경사적층부 미세조직 및 결합형성

경사적층부에 대하여 각 조성비에 따른 미세조직을 관찰하여 비교하였다. Fig. 7은 적층시편의 각 구간 미세조직을 SEM으로 관찰한 결과이며, 레이저 용융 및 빠른 냉각에 의한 셀형 수지상을 관찰 할 수 있다.

STS316L 및 IN625는 기지가 FCC구조의 NiCr과 MoNi4 고용체로 이루어진 오스테나이트(γ)상과 입계 석출물인 제2상을 형성하며, IN625에서 STS316L의 성분이 증가함에 따라 석출물 형상이 침상에서 입상으로 바뀌는 것이 관찰된다.

STS316L(60wt.%):IN625(40wt.%) 이후 STS316L의 비율이 60%이상으로 증가하면, 조대한 석출상은 미세한 크기로 분산되었다. 이는 이 구간에서 Nb, Mo의 급격한 감소와 관련이 있는 것으로 판단된다.

Fig. 8은 STS316L(20wt.%):IN625(80wt.%) 구간에 대한 EPMA 분석을 진행한 것이다. 분석결과에 따라 침상의 석출상은 Nb, Mo의 화합물, 구형은 Fe-Mn계 화합물인 것으로 사료되며, 경계면에서는 Fe와 Ni의 성분차가 확인된다. 따라서 이러한 경계면을 줄이기 위해서는 적층이후 추가적인 열처리를 통한 후처리가 필요할 것으로 판단된다.

Fig. 9는 각 조성비 구간별 XRD 분석 결과를 나타

Fig. 7 Micro-structures of functionally graded deposited layers

Fig. 8 EPMA result of STS316L(20wt.):IN625(80wt.%) layer

Fig. 9 XRD result of functionally graded deposited layers

낸 것으로 NiCr, $\text{Ni}_{0.9}\text{Nb}_{0.1}$, FeNi 각 상의 피크가 나타나고 있으며, IN625의 비율이 증가함에 따라 FeNi 피크가 줄어들면서 STS316L(20wt.):IN625 (80wt.%) 구간에서는 FeNi 피크가 소멸한 것으로 나타났다.

Fig. 10(a)는 STS316L(80wt.):IN625(20wt.%)의 조합비 구간에서 발생한 균열의 형상을 보여준다. 균열은 셀형 수지상 입계를 따라 전파되고 있으며, STS316L (100wt%)와의 경계면에서 단절되어 있다. Beth 등¹⁶⁾에 의하면 철-니켈 소재간 적층시 발생하는 균열은 Nb, Mo에 의한 것일 수 있으며, Yi Su 등¹⁷⁾은 Laves 상에 의한 결함발생 우려로 철-니켈간 경사적층 시 니켈 함량을 40% 이내로 제한할 것을 제시한 바 있다.

한편, Fig. 10(c)에서와 같이 균열 및 균열 주변에 대한 EDS 성분분석을 진행한 결과, 균열에서는 주변 부보다 상대적으로 Si의 함량이 높게 나타나고 있으며, Mo, Nb의 함량은 상대적으로 낮게 나타난다. 따라서 이 구간에서 발생한 균열은 Laves 상에 의한 것이기 보다는 Si의 편석으로 인한 용점의 저하로 발생한 고온 균열임을 추정할 수 있다.

3.3 경사적층부의 기계적 물성

Fig. 11은 경사적층부에 대하여 미소경도를 측정한

(a)

(b)

(c)

Fig. 10 Crack formation in the STS316L(80wt.):IN625-(20wt.%) layer, (a) Layer interface (b) Magnified crack (c) Result of EDS

Fig. 11 Micro-hardness of functionally graded deposited layers

결과이다. 구간을 가로질러 중간 구간에서 경도의 하락이 나타나고 있으며, 특히 STS316L(80wt.):IN625

(20wt.%) 및 STS316L(60wt.%) : IN625(40wt.%) 구간에서의 하락이 두드러지게 나타났다. 이와같이 경도가 하락한 것은 IN625에서 경도를 상승시키는 역할을 한 Nb의 성분이 STS316L과의 경사적층에 따라 급격히 감소한 것이 원인인 것으로 판단된다.

Table 3은 경사적층으로 제작된 시험편에 대한 인장 시험 결과이다. 인장강도는 평균 477.3MPa, 연신을 평균 4.3%로 나타냈으며, 파단위치는 Fig. 12와 같이 STS316L(60wt.%) : IN625(40wt.%) 조합비 구간에서 발생한 것을 볼 수 있다. 이와 같은 결과는 비록 STS316L(80wt.%) : IN625(20wt.%) 조합비 구간에서 균열이 존재하여 취약할 것으로 판단되었으나, 인장력이 균열방향과 수평으로 전파되고 있어 큰 영향을 미치지 않은 것으로 사료된다. 향후 연신율의 향상을 위해 추가적인 후열처리 및 HIP처리에 대한 검토가 필요하며, 취약구간에서의 연신을 저하를 방지하기 위해 이 구간의 적층은 제외하는 것도 검토할 필요가 있다.

Fig. 13은 파단된 시험편의 파면 형상을 관찰한 것

Table 3 Result of tensile test for FGD specimens

No.	SO mm ²	Y.S(0.2%) MPa	T.S MPa	El %	E-Modulus N/mm ²
1	12.19	314.0	477.1	4.5	147542
2	12.15	321.6	480.6	4.4	145692
3	12.14	314.3	474.2	4.1	155848
avg.	12.16	316.6	477.3	4.3	156361

Fig. 12 Fractured specimens by tensile test

Fig. 13 Fractography of fractured surface

이다. 파면에서는 연신파괴 뿐만 아니라 기공에 의한 부드러운 면도 관찰되고 있으며, 미용용 분말의 형태도 보인다. 따라서, STS316L(60wt.%) : IN625(40wt.%) 조합비 구간에서 파단이 발생한 것은 물성의 하락 뿐만 아니라 미용용 및 기공의 영향이 동반된 것으로 사료된다.

4. 결 론

이상과 같이 직접분사 적층공정을 이용한 철강-니켈 소재의 경사적층부에 대한 실험 결과로부터 다음과 같이 결론을 정리할 수 있다.

1) STS316L과 IN625 합금분말을 이용하여 경사적층을 실시한 결과, 분말송급비에 따라 각 합금의 성분조성이 구현되었다.

2) 적층부는 빠른 냉각에 의한 셀형수지상을 형성하고 있으며, IN625의 조성비 60wt.%까지 철계 조성비가 증가할수록 석출상의 크기가 조대해진다.

3) STS316L(80wt.%) : IN625(20wt.%)의 조합비 구간에서 응고방향에 수직한 균열들이 다수 관찰되며, 균열부에서 Si 성분이 높게 나타나는 것에 근거하여 고온균열인 것으로 추정한다.

4) 기계적 물성을 파악하기 위해 인장시험을 실시한 결과, 파단은 미소경도의 하락구간인 STS316L(60wt.%) : IN625(40wt.%)에서 발생하였으며, 파면 분석결과 미용용부의 영향도 동반한 것으로 판단된다.

후 기

본 연구는 산업통상자원부(MOTIE)와 한국산업기술평가관리원(KEIT)의 지원을 받아 수행한 연구과제입니다. (No.20011279)

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

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

References

1. S. W. Kim and C. K. Chun, Trend of DED type Additive Manufacturing Technology for Titanium, *J. Korean Weld. Join. Soc.* 35(4) (2017) 23-28. <https://doi.org/10.5781/JWJ.2017.35.4.4>
2. W. Meng, X. Yin, W. Zhang, J. Fang, L. Guo, Q. Ma and B. Cui, Additive manufacturing of a functionally graded material from Inconel- 625 to Ti6Al4V by laser synchronous preheating, *J. Mater. Proc. Tech.* 275 (2020) 116368. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2019.116368>
3. L. D. Bobbio, R. A. Otis, J. P. Borgonia, R. P. Dillon, A. A. Shapiro, Z. K. Liu and A. M. Beese, Additive manufacturing of a functionally graded material from Ti-6Al-

- 4V to Invar, *Acta Mater.* 127 (2017) 133-142.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.12.070>
4. R. M. Mahamood, E. T. Akinlabi, M. Shukla and S. Pityana, Functionally Graded Material- An Overview, *Proceedings of the World Congress on Engineering 2012 Vol III WCE 2012*, London, U.K. (2012).
5. A. S. Babu, M. Jaivignesh, S. Srinivasan and M. Sugavaneswaran, Design of Functional graded Porous Structure and its Fabrication using DMLS Process, *Mater. Today Proc.* 24 (2020) 1561-1569.
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.04.476>
6. K. Zhang, S. Wang, W. Liu, X. Shang, Characterization of stainless steel parts by Laser Metal Deposition Shaping, *Mater. Des.* 55 (2014) 104-119.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.09.006>
7. J. Huang, H. Chen, W. Pan, S. Yu, D. Fana and F. Yang, Effect of nitrogen on the microstructures and mechanical behavior of Ti-6Al-4V alloy additively manufactured via tungsten inert gas welding, *Mater. Today Commun.* 24 (2020) 101171.
<https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.101171>
8. A. Sharma, B. Vijendra, K. Ito, K. Kohama, M. Ramjia, B. V. H. Sai, A new process for design and manufacture of tailor-made functionally graded composites through friction stir additive manufacturing, *J. Manuf. Proc.* 26 (2017) 122-130.
<https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2017.02.007>
9. U. Savitha, G. J. Reddy, V. Singh, A. A. Gokhale and M. Sundararaman, Additive laser deposition of compositionally graded NiCrAlY-YSZ multimaterials on IN625-NiCrAlY substrate, *Mater. Charact.* 164 (2020) 110317.
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110317>
10. R. Chaudhari and R. Bauri, A novel functionally gradient Ti/TiB/TiC hybrid composite with wear resistant surface layer, *J. Alloys Compd.* 744 (2018) 438-444.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.02.058>
11. Y. Tang, W. Qiu, L. Chen, X. Yang, Y. Song and J. Tang, Preparation of W-V functionally gradient material by spark plasma sintering, *Nucl. Eng. Technol.* 52 (2020) 1706-1713.
<https://doi.org/10.1016/j.net.2020.01.008>
12. X. Wang, Z. Zhang, Y. Men, X. Li, Y. Liang and L. Ren, Fabrication of nano-TiC functional gradient wear-resistant composite coating on 40Cr gear steel using laser cladding under starved lubrication conditions, *Opt. Laser Technol.* 126 (2020) 106136.
<https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2020.106136>
13. J. S. Zuback, T. A. Palmer and T. DebRoy, Additive manufacturing of functionally graded transition joints between ferritic and austenitic alloys, *J. Alloys Compd.* 770 (2019) 995-1003.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.08.197>
14. P. Muller, P. Mognol and J. Y. Hascoet, Modeling and control of a direct laser powder deposition process for FGM parts manufacturing, *J. Mater. Proc. Technol.* 213 (2013) 685-692.
<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2012.11.020>
15. K. Shah, I. Haq, A. Khan, S. A. Shah, M. Khan and A. J. Pinkerton, Parametric study of development of Inconel-steel functionally graded materials by laser direct metal deposition, *Mater. Des.* 54 (2014) 531-538.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.08.079>
16. B. E. Carroll, R. A. Otis, J. P. Borgonia, J. Suh, R. P. Dillon, A. A. Shapiro, D. C. Hofmann, Z. K. Liu and A. M. Beese, Functionally graded material of 304L stainless steel and inconel 625 fabricated by directed energy deposition-Characterization and thermodynamic modeling, *Acta Mater.* 108 (2016) 46-54.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.02.019>
17. Y. Su, B. Chen, C. Tan, X. Song and J. Feng, Influence of composition gradient variation on the microstructure and mechanical properties of 316 L-Inconel718 functionally graded material fabricated by laser additive manufacturing, *J. Mater. Proc. Technol.* 283 (2020) 116702.
<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116702>
18. U. Savitha, G. JaganReddy, A. Venkataramana, A. S. Rao, A.A.Gokhale and M. Sundararaman, Chemical analysis, structure and mechanical properties of discrete and compositionally graded SS316-IN625 dual materials, *Mater. Sci. Eng. A* 647 (2015) 344-352.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.09.001>