

**ODS합금 MA-956 마찰압접부의 미세조직에 관한 연구
(A Study on Microstructure of ODS Alloy MA956 Friction Welded Joint)**

부산대학교 : 강정윤
Toronto Uni. : Tom North

1. 서론

산화물분산강화합금(Oxide Dispersive Strengthening Alloy : ODS Alloy)은 일반 초내열합금 보다도 내산화성 및 내열성이 우수한 것이 특징이다. 철기 ODS합금은 Ni기에 비하여 융점이 높고, 내산화성이 우수하다. 이중에서 MA 956은 이미 대량생산하여 시판하고 있다.

ODS합금의 용접 및 접합에 관한 연구 보고에 의하면, 용융용접의 경우, 산화물이 응집하거나 Cluster상으로 용접부 재면에 존재하여 접합강도를 저하시키는 경향이 있고, 액상화산접합에서도 접합부에 산화물이 응집하고, 접합부가 다결정화되기 때문에 특히 고온크립성질이 모재 보다 낮은 것으로 보고되어 있다. 그래서, MA 956을 대상으로 고상상태로 접합이 가능한 마찰압접을 행하였지만, 고온인장성질은 모재에 빌적하는 성능이 얻었으나, 고온크립성질은 모재 보다 낮았다.

본연구에서는 MA956을 마찰압접한 경우, 접합부 균방의 결정립의 형상, 크기, 산화물의 분포, 크기, 조성의 변화를 정량적으로 분석하여, 고온크립성질의 저하 원인을 규명하는 것이 목적이다.

2. 실험방법

MA956의 화학조성은 표 1과 같고, 열간압출된 Bar형상이다. 결정립을 조대화시키기 위하여 1373K에서 3.6ks동안 열처리를 행하였다. 접합용 시편은 압출방향에 평행하게 선반가공하고, 직경 10mm, 길이 50mm로 설단한 후, 피침합면을 연마하고 아세톤으로 초음파 세척하여 사용하였다.

마찰압접기는 브레이크형을 사용하였다. 마찰압접방법은 한 쪽의 시료의 회전수 N으로 회전하면서 다른 쪽 고정 된 시료에 마찰압력 50Mpa로 부가하면서 2초 동안 마찰하고, 이 마찰열에 의하여 접합온도에 도달하면 즉시 회전을 정지하는 동시에 업셋트압력 50Mpa 혹은 150Mpa로 2초 동안 부과한다. 이 2 조건은 이미 행한 실험 결과에서 얻었진 조건이다.

투과전자현미경을 관찰하기 위한 시료는 다음과 같이 준비하였다. 접합시료를 접합면에 수직으로 설단하고, 연마하였다. 전해연마 및 전해부식하여 접합부의 위치를 정확히 파악하고, 접합부 균방을 편평하여 직경 3mm 크기의 디스크로 만들었다. Twin Jet연마기를 사용하여 최종 TEM시편을 만들었다. TEM 조직 및 성분분석은 EDS가 부착된 STEM(Hitachi H-800)을 사용하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 모재의 조직

압출방향에 대해 평행한 면 및 수직인 면에 대해 광학현미경 및 TEM조직을 관찰한 결과, 평행한 면에서는 결정립들이 압출방향으로 직선적으로 길게 연신되어 있으나, 그 수직인 면에서는 미세한 결정립과 길게 굴곡된 결정립들이 혼재하고 있었다.

투과전자현미경 조직과 STEM상을 이용하여 각각의 분산입자에 대해서 EDS로 분석한 결과, 아주 미세한 분산입자들은 모재와 비교하여 Y 퍼크가 나타나고, 대체로 큰 입자들은 Al, Y, Ti의 퍼크가 단독 혹은 혼합하여 나타났다. 표 2는 크기가 100μm 이상인 200개의 입자를 대상으로 입자의 평균직경과 분석한 결과를 정리한 것이다.

100μm 이하인 아주 미세한 입자들은 Y_2O_3 로 생각된다. 크기가 100nm이상인 Al계는 Al_2O_3 , Ti계

는 Ti(CN), Y-Al계 및 Al-Y계는 Y_2O_3 와 Al_2O_3 의 복합산화물이라고 판단된다. 20nm 이하인 아주 미세한 입자들이 대부분 점유하고 있고, 100nm 이상인 입자들은 극소수이었다.

3.2 마찰압접부의 조직

마찰압접부의 조직은 압셋트압력의 변화에 따라 다소 변화가 있으나, 형태적인 특징으로 부터 공통적으로 3영역으로 분류할 수 있다. 아주 다각형인 미세한 결정립들이 존재하는 부분(R I), 소성변형으로 가늘고 긴 결정립들이 반경 방향으로 내부에서 외부로 늘어난 것처럼 보이는 부분(R II), 마찰의 영향을 받지 않았던 모재 부분(R III)이다. 한편, 영역 I에서는 다소 큰 결정립들로 구성되어 있는 중심부인 R I in과 작은 결정립들이 존재하는 영역 II에 접하고 있는 부분인 R I out로 분류할 수 있다. 압셋트압력이 큰 150Mpa가 50Mpa 보다 R I의 폭이 좁다.

투과전자현미경으로 관찰한 결과, 결정립은 R I in-R I out-R II 순으로 작다. 압셋트압력이 클수록 결정립이 미세하였다. 시험편 중심에서부터 외주부를 향하여 1mm 간격으로 관찰한 결과, 어떤 위치에서나 다각형의 결정립들이 존재하지만, 외주부로 갈수록 결정립의 크기가 크다.

한편, 산화물입자의 분포상태를 관찰한 결과, 모재(R III)에서는 구형인 20nm정도의 미세한 분산입자가 균일하게 분포하고 있지만, R II에서는 약간 조대화된 입자와 구형과 구형인 입자들이 서로 결합된 입자들이 분포하고 있다. R I out에서는 미세한 입자들의 수가 적어지면서, 조대화된 입자들 간의 결합되어 지렁이 형상인 입자들이 많다. 특히, R I in에서는 미세한 분산입자들은 거의 보이지 않고, 100nm 정도의 구형과 아주 조대하고 불규칙적인 형상을 하고 있는 입자들이 분포하고 있다. 모재로 부터 압접부의 중심으로 갈수록 구상인 아주 미세한 입자들의 수가 적어지면서, 서로 엉키고, 조대화되고, 형상도 부정형으로 되는 경향을 보였다. 압셋트압력 150Mpa인 경우에도 같은 경향을 나타내었다. 입자들이 조대화되는 이유는 입자의 성장이 아니라, 입자들이 서로 응집하여 조대화하는 것으로 예상된다.

마찰압접부의 분산입자들의 조성을 EDS를 사용하여 분석한 결과, 입자들의 조성은 Al, Y, Ti을 주성분으로 하는 2원계 및 3원계로 구성되어 있거나, 2원계 및 3원계가 서로 혼합되어 있는 아주 복잡한 조성으로 되어 있고, 입자의 위치에 따라서 조성이 다른 것이 발견되었다.

이상의 결과로 부터도 R I에서 입자들이 조대화 되는 이유는 다른 조성을 가진 입자들이 서로 응집하고 결합하여 조대화된다는 것을 예측할 수 있다.

Table 1 Chemical composition of MA 956

Material	C	Mn	Si	Ni	Cr	Ti	Al	Y_2O_3	Fe
MA956	0.014	0.10	0.11	0.09	18.81	0.37	4.57	0.495	Bal.

Table 2 Composition and size of large particles

	Al	Ti	Y-Al	Al-Y	Al-Ti	Y-Al-Ti
F (%)	13	50	21	8	4	4
d (nm)	480	330	260	280	400	320

F : Frequency (%)

d : Average diameter

* Number of particle measured : 200