

## Fe-35Ni-26Cr 주강 액상확산접합부의 고온기계적특성에 미치는 접합조건의 영향

김 대 업\*

\*현대정공(주) 기술연구소

### Effect of Bonding Condition on High Temperature Mechanical Properties of TLP Bonded Joints of Fe-35Ni-26Cr Alloy

Dae Up Kim\*

\*Research Institute, Hyundai Precision & Industry Co., Yongin 449-910, Korea

#### Abstract

This study investigated the effects of bonding temperature and bonding atmosphere on high temperature mechanical properties of transient liquid phase(TLP) bonded joints of heat resistant alloy using MBF-50 insert metal. Specimens were bonded at 1,423~1,468K for 600s. Microconstituents of  $Cr_7(C,B)_3$  were formed in the bonded region when the bonding temperature was low. The amount of microconstituents in the bonded layer decreased with increasing the bonding temperature, and the microconstituents in the bonded layer disappeared at the bonding temperature above 1,468K. The tensile strength of the joints at elevated temperatures increased with the increase the bonding temperature and was the same level as one of the base metal in the bonding temperature over 1,453K. Microstructure and alloying element distributions of the bonded region bonded in Ar and  $N_2$  atmosphere were similar to those of the bonded in vacuum. The creep rupture strength and rupture lives of joints were almost identical to those of base metal.

(Received April 24, 2000)

Key Words : Bonding condition, Mechanical property, TLP bonding, Bonded layer, Heat resistant alloy, Microconstituent

#### 1. 서 론

석유화학공업과 철강공업등의 기간산업에서 사용되는 다양한 가열반응로는 원심주조법에 의해 제조된 내열주강이 사용되고 있다. 석유화학공업에서 사용되는 관형가열반응로의 tube는 사용온도가 최대 1,353K에 도달하고, 침탄, 질화, 산화성 분위기에 노출되는 대단히 가혹한 환경하에서 사용되기 때문에 Fe-25Cr-36Ni계의 내열주강에 Nb, Mo 및 W를 첨가한 개량형 내열주강이 성능을 만족시키는 재료로서 일반적으로 사용되고 있다. 이와 같이 tube는 가혹한 사용조건에서의 장시간 사용에 의해 현저한 침탄, 취화에

의한 파괴의 위험성, 고온 크리프에 의한 굽힘 등의 열화가 발생하기 때문에 용접에 의한 정기적인 보수가 필요하다. 그러나, 내열주강은 내산화성, 내침탄성 및 높은 크리프 특성을 만족시키기 위하여 다량 첨가된 C나 Si로 인하여 탄화물의 생성에 따른 고온균열 민감성이 높기 때문에 용접시 용접열영향부에서 균열이 발생하는 것이 큰 문제점으로 되어 있다<sup>1)</sup>. 현재, 용접을 대신할 접합법의 개발이 급선무이며 확산접합법이 주목받고 있다.

지금까지의 연구에 의하면, STS304의 고상확산접합에서는 20MPa 이하의 압력에서는 Ar분위기보다  $N_2$  분위기중에서 접합하는 것이 접합강도가 높다고 하고 있다<sup>2)</sup>. Ni기 인서트금속을 사용한 페라이트계 내열강

의 액상확산접합에서는 접합부의 조성을 균일하게 하기 위해서는 고온·장시간의 접합조건이 필요하고<sup>3)</sup>, 탄소강의 액상확산접합에서는 인서트금속의 조성 및 접합조건을 최적화하면 양호한 접합강도를 얻을 수 있다고 보고하고 있다<sup>4)</sup>. 또, Fe기합금<sup>5-8)</sup> 및 초내열합금<sup>9-11)</sup>에 액상확산접합법을 적용하여 접합성 및 기계적특성에 대해 검토한 결과, 모재 수준의 인장강도를 가지는 접합부를 얻을 수 있었으나, 내열주강에 대해서는 모재와 동등한 고온 기계적특성을 가지는 실시공에 적합한 접합부는 얻을 수 없었다<sup>12,13)</sup>.

여기서, 본 연구에서는 내열주강에 대해서 액상확산접합을 행하여 접합온도 및 접합분위기에 따른 영향을 조사하여 최적의 접합조건을 선정하고, 최적접합조건에서의 고온기계적 특성을 조사하여 본 접합성의 유효성을 평가하였다.

2. 사용재료 및 실험방법

2.1 사용재료

본 실험에 사용한 모재는 원심주조법에 의해 제조된 Nb, Mo, W을 함유한 내열강으로, 내산화성, 내침탄성 및 높은 크리프 특성을 만족시키기 위하여 C나 Si가 비교적 많이 함유되어 있다. 또, 인서트금속은 시판의 Ni기 합금 비정질 박막인 MBF-50을 사용했다. 이들의 조성을 Table 1에 나타내었다. 모재 시험편의 형상에 관해서는, 인장시험 및 크리프시험용은 8mm  $\phi$   $\times$  35mm l, 조직관찰용은 8mm  $\phi$   $\times$  8mm l이다.

2.2 접합방법

접합시료는 피접합면을 사포 #1500까지 연마하고 인서트금속과 같이 아세톤으로 초음파세척한 후 접합시료의 사이에 인서트금속을 삽입하여 접합장치내에 장착하였다. 접합은 접합온도 1,423~1,468K, 유지시간 600s, 가압력 20MPa의 조건으로 10K/s의 가열속도로 접합온도까지 고주파유도 가열하였으며, 접합후에는 냉각하였다. 또한, 진공중에서는 13.3mPa, Ar 및 N<sub>2</sub>분위기에서는 133mPa까지 배기한 후 Ar/N<sub>2</sub> 분위기 중에서 접합하였다.

2.3 조직관찰 및 원소분석방법

접합부 조직은 10%수산수용액을 사용해서 전압 4V, 시간 15s의 조건으로 전해부식하여 SEM으로 관찰하였다. 접합부 근방의 원소분석은 EDX 및 EPMA를 사용하여 행하였다.

2.4 생성상 조사방법

생성상 량의 측정에는 SEM을 사용하여 접합부 중앙의 약 6mm에 걸쳐 접합층 및 생성상의 면적을 화상처리장치로 측정하여 계산하였다. 또, 생성상의 동정은 석출replica법에 의해 추출한 생성상을 EDX에 의한 원소분석 및 TEM으로 전자선회절 분석하였다.

2.5 기계적특성 시험

고온인장시험은 시험편을 1,273K의 시험온도까지 전기로를 사용하여 가열하였으며, 1.7  $\times$  10<sup>-3</sup>mm/s의 인장속도로 행하였다. 크리프-파단시험은 시험편을 1,273K까지 전기로에서 가열하여 하중을 20~33.5MPa으로 수단계 변화시켜 행하였다. 인장시험 및 크리프-파단 시험편의 형상을 Fig.1에 나타내었다.

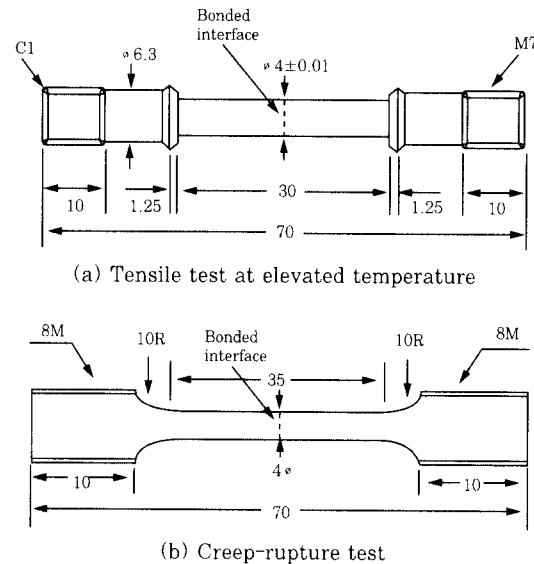


Fig. 1 Specimens used for tensile and creep-rupture testings

Table 1 Chemical composition of materials used (mass%)

Materials		C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	W	Nb	B	Fe
Base metal	KHR35CW	0.45	1.78	0.4	35.0	26.7	0.42	0.64	1.26	-	Bal.
Insert metal	MBF-50	-	7.5	-	-	19.0	-	-	-	1.5	Bal.

### 3. 실험결과 및 고찰

#### 3.1 접합부 특성에 미치는 접합온도의 영향

##### 3.1.1 접합부 조직 변화

Fig.2는 1,423~1,468K의 접합온도에서 접합을 행한 때의 접합부 조직을 나타낸다. 접합층 근방의 모재부에는 층(lamella)상과 미세한 입상의 생성상이, 접합부내에서는 괴상의 생성상이 생성되어 있는 것을 알 수 있다. 접합온도가 낮은 1,423K에서는 접합층 근방에 생성상이 다량으로 존재하나, 접합온도가 높아질수록 감소하는 경향을 나타낸다. 접합온도 1,458K 까지 모재부에 층상의 생성상이 관찰되나, 접합온도 1,468K에서는 층상은 보이지 않고 섬상으로 변한 것을 알 수 있다. 또한, 접합온도가 높아질수록 접합부의 폭이 좁아지고 접합층의 경계가 불명확하다. 접합온도가 낮은 1,423K 및 1,453K에서는 접합부내 괴상의 생성상이 연속적으로 관찰되나, 접합온도 1,458K 및 1,468K에서는 접합부내 생성상은 거의 보이지 않고 최종응고계면이라고 생각되는 연속선상의 입계가 관찰된다.

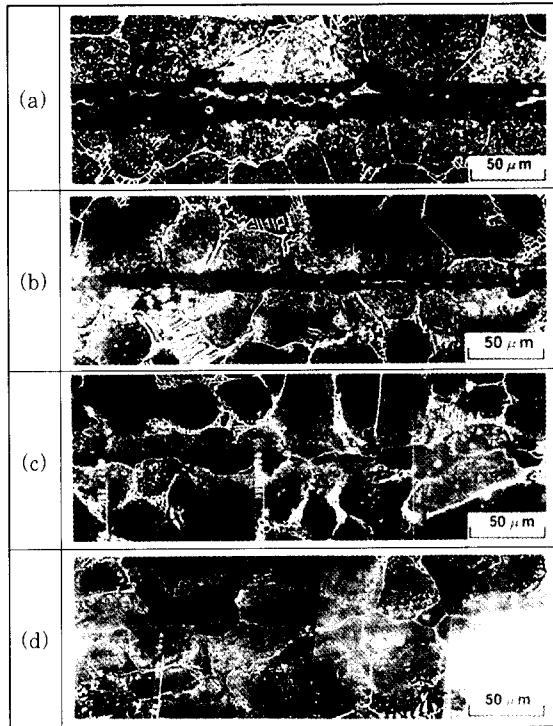


Fig. 2 Microstructures of bonded interlayer (a) 1,423K (b) 1,453K (c) 1,458K (d) 1,468K

##### 3.1.2 접합부 생성상의 조직적 검토

엑상확산접합부의 조직관찰 결과, 접합온도에 따라 접합부 부근에 생성상이 관찰되었다. 이 생성상을 보

다 상세히 조사하기 위하여 원소분석 및 동정을 행함과 동시에 접합온도에 따른 생성상의 생성상황에 대해서 조사하였다.

Fig.3은 1,453K×600s의 조건에서 접합한 접합부의 EDX분석결과를 나타낸 것이다. (a)는 접합부의 조직, (b), (c) 및 (d)는 접합층의 내부와 접합층 근방에 존재하는 생성상의 원소분석결과이다. 이들 생성상은 모두 Cr, Fe 및 Ni이 검출되었으며, 스펙트럼 도형도 유사한 것을 알 수 있다. 또한, 임의의 접합층 생성상 60개에 대해서 EDX분석을 행한 결과, Fig.3과 유사한 분석결과가 얻어졌다. 한편, 접합층내 생성상의 EPMA 분석결과를 Fig.4에 나타내었다. 접합층내 생성상에서 Fe, Ni 및 Si의 농도는 저하하고 있으나, B, C 및 Cr의 농도는 증가하고 있으며, Nb의 변화는 나타나지 않았다. 이들 분석결과로 부터, 이들 생성상은 Cr탄화물일 가능성이 높다고 생각된다.

Fig.5는 접합층 생성상을 TEM에 의해 동정한 결과를 나타낸 것이다. EDX 분석결과로부터 주요 구성원소는 Cr이며, 전자선 회절상에 의한 동정결과  $M_7C_3$ 로 확인되었다. 또한, Fig.4에 나타낸 EPMA분석결과에서 접합층 생성상에서 B, C 및 Cr이 농축되어 있는 것을 고려하면 접합층 부근의 생성상은  $Cr_7(C,B)_3$ 라고 생각된다.

접합층 부근에 생성한 생성상중 접합부내에 존재하는 생성상은 접합부의 기계적특성에 큰 영향을 미친다고 보고되고 있다<sup>14,15)</sup>. 이를 정량적으로 평가하기 위하여 접합온도 1,423~1,468K에서 접합한 접합부의 접합계면 전체에서 생성상이 접하는 비율을 조사하였다. 이 결과를 Fig.6에 나타낸다. 접합부내 생성상의 량은

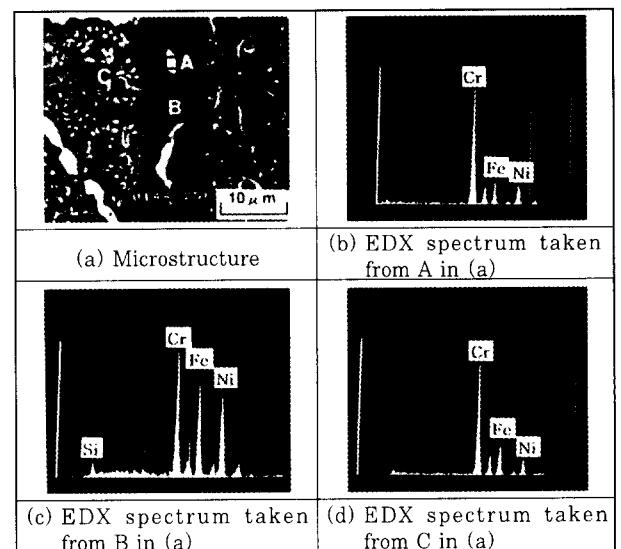


Fig. 3 Morphology of microconstituents in bonded interlayer and EDX spectrums

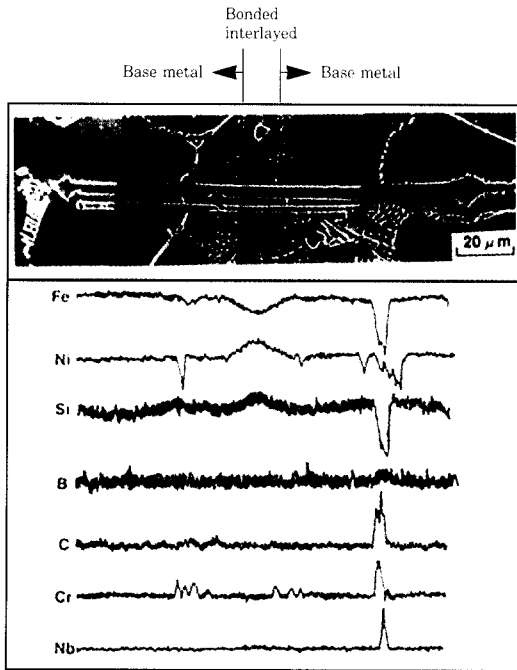


Fig. 4 Line profiles of elements analyzed by EPMA across the bonded interlayer

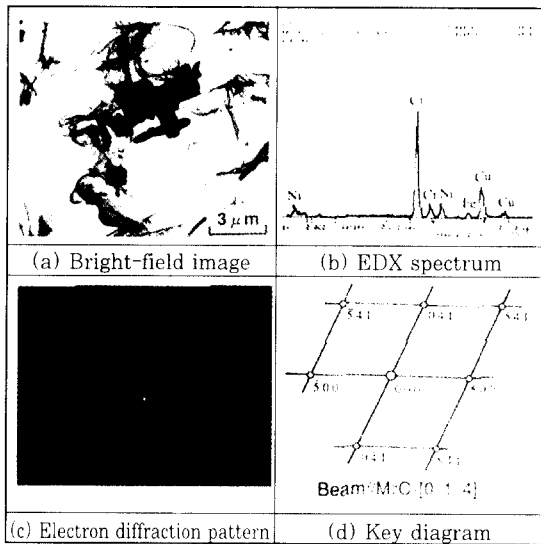


Fig. 5 TEM microstructure and electron diffraction pattern of microconstituent

접합온도의 상승에 따라 직선적으로 감소하는 것을 알 수 있다. 접합온도 1,423K에서는 접합계면에서 생성상이 점하는 비율이 약 70%이며, 접합온도의 상승에 따라 감소하여 접합온도 1,468K에서는 소멸하였다. 따라서, 접합온도를 1,468K 이상으로 접합하면 등온응고완료후에 생성상이 없는 양호한 접합층을 얻을 수 있었다.

3.1.3 고온인장특성

Fig.7에는 고온인장특성에 미치는 접합온도의 영향

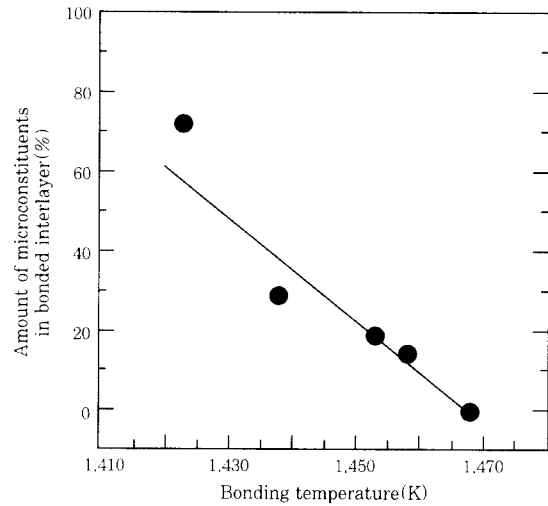
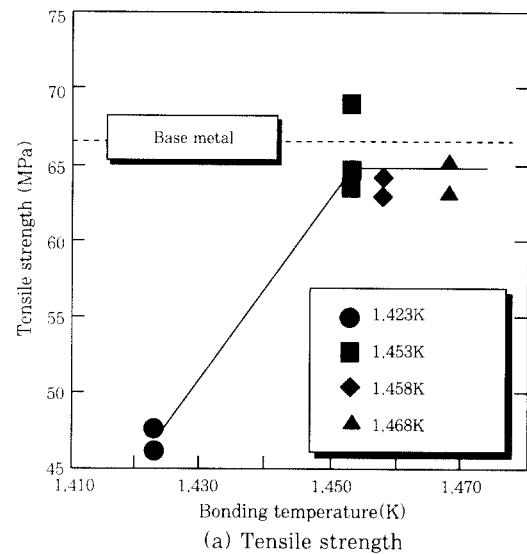
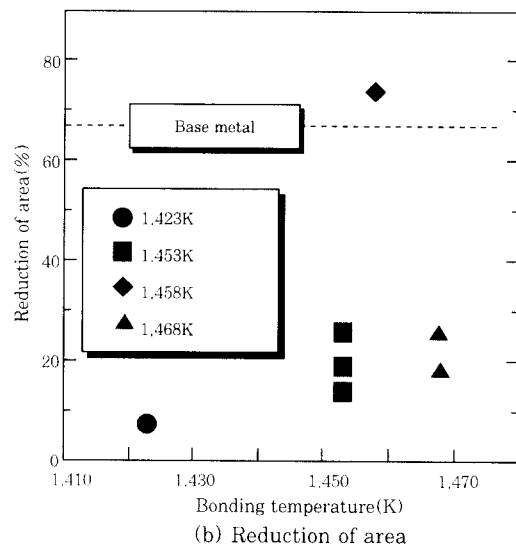


Fig. 6 Effect of bonding temperature on the amount of microconstituents in bonded interlayer



(a) Tensile strength



(b) Reduction of area

Fig. 7 Effect of bonding temperature on tensile properties of joints

을 나타낸다. 접합온도 1,423K에서 접합한 이음부의 인장강도는 약 48MPa로 모재에 비해 낮으나, 접합온도가 1,453K 이상이 되면 모재와 거의 동일한 값을 나타내었다. 한편, 단면수축율에서는 접합온도 1,453K이하에서는 접합온도가 높을수록 약간 상승하여 접합온도 1,458K에서 모재와 동등한 값을 나타내었으나, 접합온도가 1,468K로 상승하면 단면수축율이 약 20%로 다시 저하하였다.

시험편의 파단경로를 명확히 밝히기 위하여 파단면에 Ti막을 도포한 후 단면조직을 관찰하였다. 1,453K의 접합온도에서 접합한 시험편의 파단면을 Fig.8에 나타낸다. (a)는 파단면의 macro조직, (b)는 (a)중의 A부를 확대한 micro조직이며, (a)에서 단면 끝단부에 보이는 폭 약 20 $\mu$ m의 층이 Ti 도포막이다. Ti막 근방에 미세한 입상의 생성상이 보이지 않는 영역이 존재하는 것으로부터, 균열은 접합층내를 직선적으로 전파하고 있다고 생각된다. 또한, (b)에서 조직 중앙부의 Ti막의 밑에 섬상의 생성층이 관찰되고, 파단부인 Ti막을 따라서는 접합부내 피상의 생성상이 연속적으로 보이는 선상의 생성층이 관찰되었다. 이상으로부터, 1,453K에서 접합한 시험편에서 균열은 접합층내의 생성상을 전파하고 있다고 판단할 수 있다. 한편, 1,468K에서 접합한 시험편의 인장시험편의 단면조직

을 Fig.9에 나타낸다. 1,453K에서 접합한 시험편의 파단면에 비해 파단면의 기복이 큰 것을 알 수 있다. (b)중의 B에서 나타난 부위는 접합계면이라고 생각되는 조직이나, C부와 같이 접합층 근방의 모재부의 조직을 전파하고 있는 부분이 보다 많이 관찰되었다. 따라서, 1,468K에서 접합한 시험편에서 균열은 접합층내보다 오히려 접합층 근방의 모재조직을 전파했다고 판단된다.

접합부의 조직 및 고온인장특성의 검토결과로부터, 본 연구에서의 최적접합조건은 1,458K $\times$ 600s, 20MPa인 것으로 판단된다.

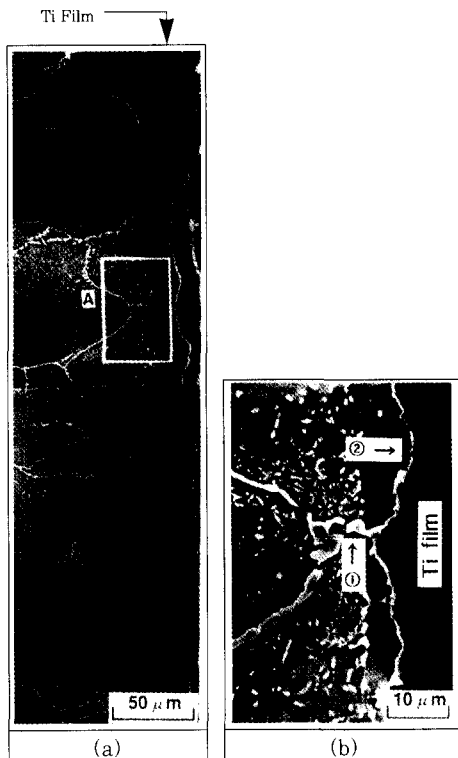


Fig. 8 Microstructures of tensile fracture surface of joint (a) Microstructure of cross section of fractured surface (b) Enlarged A in (a)



Fig. 9 Microstructures of tensile fracture surface of joint (a) Microstructure of cross section of fractured surface (b) Enlarged B in (a)

### 3.2 접합부 특성에 미치는 접합분위기의 영향

#### 3.2.1 접합부 조직 변화

Fig.10에 Ar분위기중에서 1,458K 및 1,468K의 접합온도에서 접합한 조직을 나타내었다. 접합온도가 높아지면 접합층 근방의 미세한 입상석출물이 감소하고, 접합층 내부에 관찰되는 접합계면은 크게 이동하는 경향이 관찰되었다. Fig.2에 나타난 진공중에서 접합한 접합부 조직과 비교하면, 접합부 조직에는 큰 차이는 보이지 않으며, 진공중에서와 같이 접합온도 1,468K에서는 접합층 근방의 모재에 생성한 층상의 조직이

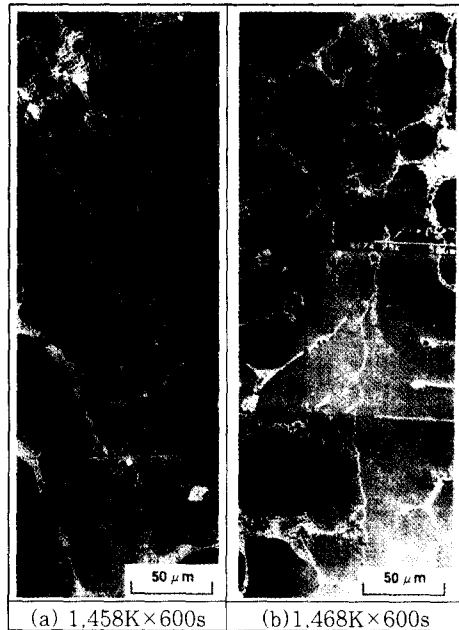


Fig. 10 Microstructures of bonded interlayer bonded in Ar atmosphere

섬상으로 변화한 것을 알 수 있다. 한편, N<sub>2</sub>분위기 중에서 접합한 접합부 조직을 Fig.11에 나타낸다. Ar분위기중에서 접합한 접합부 조직과 동일하게 접합결합은 보이지 않고, 접합온도에 따른 조직변화의 경향도 Ar분위기중에서 접합한 접합부와 유사하였다.

다음으로, 접합부의 산화의 영향 및 확산상태를 조사하기 위하여 EPMA분석을 행하였다. Fig.12에 Ar

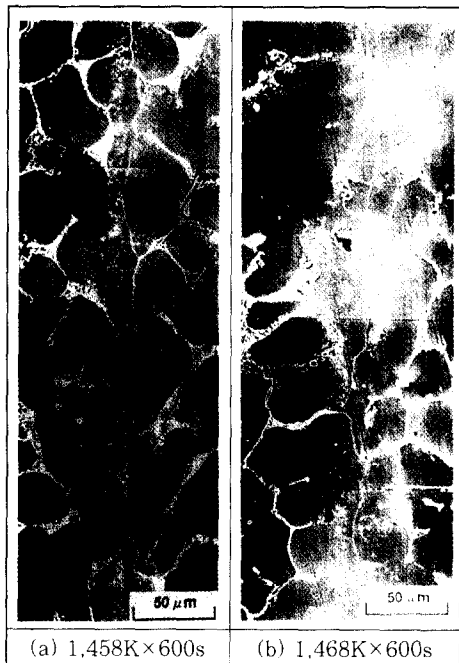


Fig. 11 Microstructures of bonded interlayer bonded in N<sub>2</sub> atmosphere

분위기 중에서 접합한 접합부의 EPMA분석결과를 나타내었다. 접합부에서 Fe의 농도가 낮아지고, Ni 및 Si가 농축되어 있으나, 접합온도가 높아지면 피크가 낮아져 확산이 진행되고 있음을 알 수 있다. B, C, Cr 및 Nb의 피크가 보이지 않기 때문에 이들 원소는 균일화가 달성되어 있다고 생각된다. 또한, O가 검출되지 않은 것으로부터, 접합부에 산화의 영향은 없다고 생각된다. N<sub>2</sub>분위기 중에서의 접합부의 분석결과에서도 Ar분위기 중에서의 접합부와 동일한 결과가 얻어졌으며, 산화나 질화의 영향은 보이지 않았다. 이로부터, Ar 및 N<sub>2</sub>분위기 중에서의 접합에서도 진공중에서 접합한 이음부와 같이 조직적으로 양호한 접합부를 얻을 수 있었다.

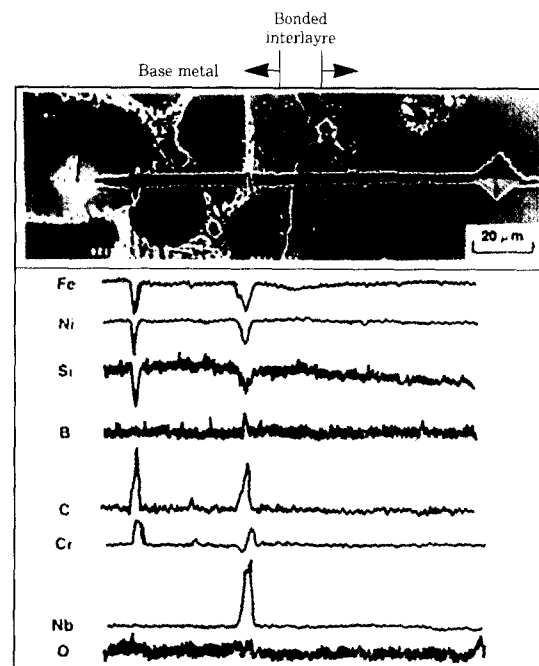


Fig. 12 Line profiles of elements analyzed by EPMA across the bonded interlayer

### 3.2.2 고온인장특성

Fig.13은 고온인장특성에 미치는 접합분위기의 영향을 조사하기 위하여 Ar 및 N<sub>2</sub>분위기 중에서 접합한 접합부의 고온인장시험결과를 진공 중에서의 결과와 비교하여 나타낸 것이다. 접합조건은 모두 1,458K x 600s, 20MPa이다. Ar분위기 중에서 접합한 시험편의 인장강도는 모재와 동등하며, 단면수축율은 약 55%로 진공 및 N<sub>2</sub>분위기 중에서 보다 약간 낮았다. N<sub>2</sub>분위기 중에서 접합한 시험편에서는 인장강도가 약 65MPa으로 진공 중에서 보다 약간 상승하고, 단면수축율도 모재와 동등한 약 73%를 나타내었다. 고온인장시험 후의 시험편의 파단면을 분석한 결과, 모든 시

험편이 접합부에서 떨어진 모재부에서 파단하였다. 이로부터, Ar분위기 중 및 N<sub>2</sub>분위기 중에서 접합한 이음부는 진공 중에서 접합한 이음부와 동등한 고온인장특성이 얻어진다는 것을 명확히 알 수 있다.

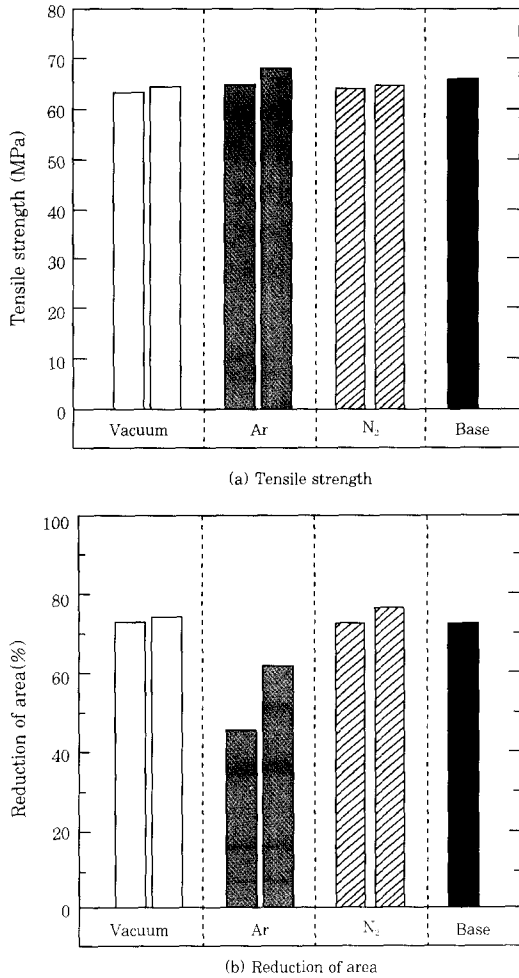


Fig. 13 Effect of bonding atmosphere on tensile properties of joints

3.2.3 크리프-파단 특성

고온 가열로용의 강관으로 사용되는 내열주강은 높은 크리프특성이 요구되기 때문에 크리프-파단특성을 조사하였다. 접합부 특성에 미치는 접합분위기의 영향은 거의 없다고 판단되기 때문에 접합분위기는 실제 시공상에 적합한 N<sub>2</sub>분위기 중으로 하였다.

Fig.14는 가장 우수한 고온인장특성이 얻어진 1,458K×600s의 조건에서 접합한 시험편의 크리프-파단강도를 모재강도와 비교하여 나타낸 것이다. 크리프-파단강도는 부하응력을 수단계변화시킨 시험조건에서 시험편의 파단시간을 측정하여 Larson-Miller parameter에 의해 정리하였다. 접합조건은 가장 우수한 고온인장특성이 얻어진 1,458K×600s의 조건

으로 하였다. 시험편의 크리프-파단강도는 약간의 편차는 있으나, 모재강도의 최저치에 달하는 파단강도 및 수명을 나타내었다. 이들 결과로부터, 내열주강에 액상확산접합을 행할 경우, 접합조건을 최적화함으로써 모재와 동등한 기계적특성을 가지는 우수한 접합부를 얻을 수 있다는 것을 명확히 알 수 있다.

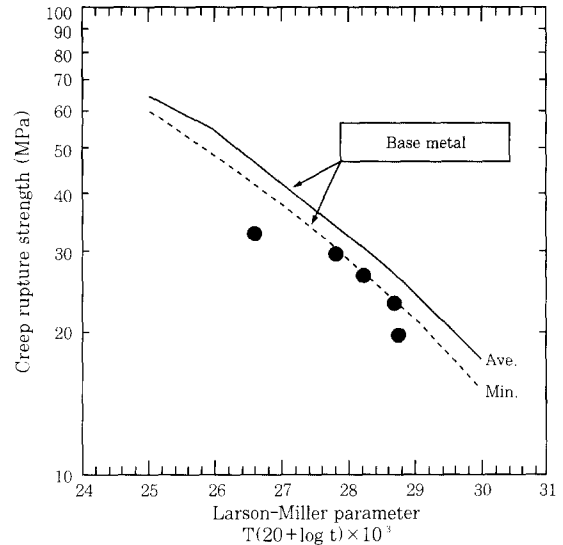


Fig. 14 Creep rupture strength of joints

4. 결 론

내열주강에 MBF-50 인서트금속을 사용해서 액상확산접합을 행하여 고온 기계적특성에 미치는 접합온도 및 접합분위기의 영향에 대하여 검토를 행한 결과, 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 접합층 부근에는 Cr<sub>7</sub>(C,B)<sub>3</sub>의 생성상이 생성하였으며, 접합온도의 상승에 따라 생성상은 직선적으로 감소하여 접합온도 1,468K에서는 거의 소멸하였다. 또, 접합온도 1,468K에서는 접합층 근방의 모재에 생성한 층상조직이 섬상으로 변화하였다.
- 2) 고온인장강도는 접합온도의 상승에 따라 증가하여 1,453K이상의 접합온도에서는 거의 모재와 동등한 값을 얻었다. 한편, 단면수축율은 접합온도의 상승에 따라 증가하여 접합온도 1,458K에서 모재와 동등한 값을 얻었으나, 접합온도 1,468K에서는 역으로 저하하였다. 파단경로를 조사한 결과, 접합온도 1,423K 및 1,453K에서는 접합층 내 생성상을 따라 전파하였으며, 접합온도 1,468K에서는 접합층 근방의 모재부분을 전파하였다.
- 3) Ar 및 N<sub>2</sub>분위기 중에서 접합을 행한 결과, 산화나 질화의 영향은 없었으며, 고온인장시험에서도 진공 중

에서 접합한 이음부와 동등한 특성이 얻어졌다. 또한, N<sub>2</sub>분위기 중에서 1,458K×600s의 조건에서 접합한 이음부에 대해서 크리프-과단시험을 행한 결과, 모재 강도의 최저치에 달하는 우수한 접합부를 얻었다.

### 참 고 문 헌

1. 望月 : 鐵基耐熱鑄鋼液相擴散接合繼手の高溫機械的特性的改善, 大阪大學修士學位論文, (1995)
2. 益本, 淺田, 野 : アルゴン及び窒素雰囲気におけるステンレス鋼の固相接合, 溶接學會全國大會講演概要, (1986), p82
3. 中橋, 鈴木, 恩 : 鐵基ろう材を用いた耐熱鋼の液相擴散接合, 日本金屬學會誌, 49-4 (1986), p285
4. 三浦 : 液相擴散接合法の鋼管への應用, 溶接學會全國大會講演概要, (1987), p39
5. 小溝, 富田, 小川 : Fe基およびNi基急冷凝固薄帶を用いたステンレス鋼管の接合, 溶接學會論文集, 8-2 (1990), p197
6. 藤谷 : 鐵基合金の液相擴散接合に関する研究, 大阪大學修士學位論文, (1989)
7. 강정운, 김우열, 박세운 : 304스테인리스강의 천이액상확산접합에 관한 연구, 대한금속학회지, 29-12 (1991), p1274
8. 강정운, 박노식, 김우열, 박세운 : 304 스테인리스강과 구조용 탄소강의 천이액상확산접합에 관한 연구, 대한용접학회지, 9-4 (1991), p28
9. 鈴木, 恩, 田村 : 鐵基耐熱合金A286の液相インサート擴散接合, 溶接學會誌, 50-7 (1981), p646
10. 강정운, 김인배, 이상래 : Fe기 내열합금의 액상확산접합용 삽입금속의 개발에 관한 연구, 대한용접학회지, 13-3 (1995), p291
11. K.Nishimoto, K.Saida, D.Kim and Y.Nakao : Transient Liquid Phase Bonding of Ni-base Single Crystal Superalloy, CMSX-2, ISIJ International, 35-19 (1995), p1298
12. 和田, 迎靜, 西尾, 加藤, 大坪 : 耐熱鑄鋼の擴散接合部の高溫特性, 鐵と鋼, 77 (1991), p691
13. 和田, 古川, 迎靜, 西尾, 加藤 : 擴散接合法のラジアントチューブへの適用, 材料とプロセス, 5-2 (1991), p1514
14. 김대업, 강정운 : 단결정 액상확산접합부의 생성상 거동, 대한용접학회 춘계학술강연 및 발표개요집, 33 (1999), p57
15. 平根, 吉成, 森本 : Ni基超合金單結晶の液相擴散接合界面, 鐵と鋼, 72-13 (1986), pS1607