

Ni-Cr계 내열주강의 천이액상 접합

권영순 · 신철균 · 김현식 · 김환태 · 김지순 · 석명진*

울산대학교 기계부품 및 소재 특성평가연구센터, 첨단소재공학부

*삼척대학교 금속공학과

Transient Liquid Phase Bonding of Ni-Cr Heat Resisted Cast Steel

Young-Soon Kwon, Chul-Kyun Shin, Hyun-Sik Kim, Hwan-Tae Kim, Ji-Soon Kim and Myung-Jin Suk*

Regional Research Center(RRC)/ReMM, School of Materials Eng., Univ. of Ulsan, Ulsan, Korea

*Department of Metallurgical Engineering, Samchok National University, Samchok, Koea

(Received 2 May 2002 ; Accepted form 8 June 2002)

Abstract - In this work, transient liquid phase (TLP) bonding of Ni-Cr heat resisted cast alloy (HP) was investigated. And also the behaviors of the solid particles distributed in the interlayer during TLP bonding were investigated. The MBF-60 and solid particles (Ni, Fe, and Al_2O_3 powders respectively) added MBF-60 which will be a liquid phase coexisting with solid particles at the bonding temperature were used as insert metal. The effective and sound bonding was possible by spark plasma sinter-bonding due to the differences of electric resistance between base metal and liquid insert layer which creates high temperature region. During the isothermal solidification, Al_2O_3 particles and solid particles of liquid phase sintered insert metal have shown no growth, while Ni and Fe particles grow rapidly. In this TLP bonding using the MBF-60 and distributed Fe, Ni particles as insert materials, the whole isothermal solidification process was dominated by the growth rate of the solid particles distributed in the interlayer.

Keywords : TLP Bonding, Spark plasma sinter-bonding, Heat resisted Ni-Cr steel.

1. 서 론

천이액상접합(Transient Liquid Phase Bonding, TLP-bonding)은 모재보다 용점이 낮은 삽입금속을 접합부에 삽입하여 삽입재의 용융점 이상이면서 모재의 용융점 이하인 온도로 가열하고, 이 온도에서 장시간 유지하여 용융된 삽입재를 등온응고시켜 접합하는 방법이다. 1970년대 초에 개발된 천이액상접합법은 처음에 Ni계 내열 초합금의 용접성을 개선하기 위한 접합법으로 개발되었으나, 최근에는 스테인레스강, Ti합금, Cu-스테인레스강의 접합 등에도 그 응용이 확대되고 있다. 이 접합법의 장점은 접합후 접합부의 물리, 화학적 성질이 모재와 동일한 수준을 이루고, 고상화산접합법과는 달리 접합시 하중이 거

의 필요하지 않다는 것이다. 반면 접합 및 균질화 처리를 위해 접합온도에서 장시간 유지해야 하며, 이로 인해 모재가 열화되기 쉽다는 단점이 있다. 따라서 최근의 천이액상접합법에 대한 연구는 새로운 삽입재의 개발로 접합시간을 단축시키고, 접합과정 중에 일어나는 미세구조의 변화의 해석을 통한 접합기구 해석이 주류를 이루고 있다.¹⁻³⁾

본 연구자들에 의해 제시된 변형된 천이액상접합(modified TLP-bonding)⁴⁾은 접합온도에서 삽입층내에 고상과 액상이 공존하도록 설계된 것이다. 이 경우에 액상내에 존재하는 고상입자들은 등온응고시 모재와 동일한 형태의 거동 즉, 용점강하원소들의 소실 원으로 작용하여, 액상기지 내로 고상계면이 이동하면서 입자성장이 일어나기 때문에 좀더 빠른 접합을

유도할 수 있을 것이며, 삽입층 내에 존재하는 액상량을 최소화 할 수 있어 더욱 가속된 접합특성을 얻을 수 있으리라 기대된다. 또한 기존의 천이액상접합에서는 공정계의 액상이 삽입층내에 존재함에 따라 모재의 용융이 발생하게 되지만, 변형된 천이액상접합에서는 접합온도에서 삽입층 내의 액상을 상태도 상에서 액상선과 접하는 조성 즉, 등온응고시 고상이 형성되기 시작하는 조성이 되도록 제어함으로써 고상과 액상의 조성차에 의한 모재의 용융현상은 발생하지 않는다.

원심 주조법으로 제조된 HP계의 내열주강(Fe-35Ni-36Cr계)은 석유화학공업 분야에서 가열 반응로의 cracking tube라고 불리는 관으로 많이 사용되고 있다. 관의 내부 및 외부의 온도는 800~850°C, 1000~1100°C 정도이며, 매우 가혹한 사용환경이므로 장시간 사용에 따른 소재의 열화나 용접시 열영향부 등이 큰 문제점으로 대두되고 있으며, 따라서 보수과정에서 일어날 수 있는 용접균열을 피할 수 있는 접합법의 개발이 요구되고 있다.⁵⁾

본 연구에서는 언급한 천이액상 접합법의 특성과 방전플라즈마 소결법⁶⁾의 특성을 활용하여 HP계 내열주강의 소결접합을 시도하였다. 삽입금속은 박막형상(foil)의 시판중인 Ni기 비정질 합금을 사용하였으며, 접합 이음부의 간극이 넓은 경우를 고려하여 Ni기 비정질 합금에 Ni, Fe, Al₂O₃ 분말을 함께 사용하여 일반 전기로에서 접합을 시행하여 접합 과정에서 고상 입자의 거동을 조사하였다.

2. 실험 방법

본 실험에서 사용된 모재는 원심주조법으로 제조된 HP계 내열주강 관재로서 고온강도와 고온에서의 내산화성과 내침탄성 등의 향상을 위해 Mo, Nb, W 등이 소량 첨가되어 있다. 삽입금속은 시판되고 있는 Ni-P 2원계 합금으로서 비정질 박막형상인 MBF-60(두께 44 μm)을 사용하였다. 또한 Ni(~40 μm, 불규칙형), Fe(100-125 μm, 구형), Al₂O₃(~40 μm, 구

형) 분말을 사용하였으며, 모재사이에 MBF-60/분말/MBF-60 순서로 적층시켜, 접합온도에서 MBF-60 액상과 각각의 분말 고상 입자들이 공존하는 형상의 삽입재를 사용하여 접합을 실시하였다. 모재와 삽입금속의 정확한 조성은 표 1에 나타내었으며, 그림 1에 HP계 내열재료의 모재조직, 사용된 분말중 Ni 분말의 형상을 나타내었다. 접합에 사용한 시편의 형상은 관(pipe) 형태의 원소재로부터 직경 8 mm, 길이 3.5 mm 크기로 절취하여 사용하였다. 접합용 시편은 모재의 양면이 수평상태를 유지하도록 연마한 후, 피접합면은 SiC 연마지를 사용하여 1500번까지 단계적

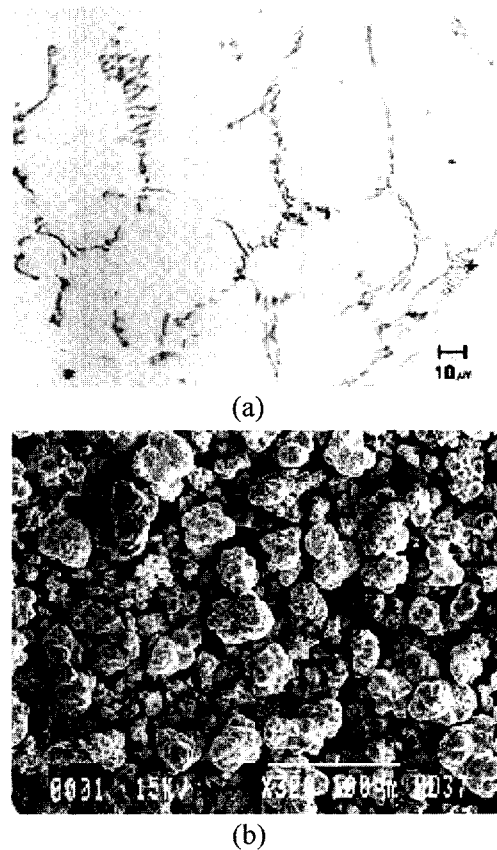


Fig. 1. Microstructure of base metal(a) and morphology of Ni-powder used as insert metal.

Table 1. Chemical compositions of base metal and insert metal (wt%)

Element	Fe	Ni	Cr	C	Si	Mn	Mo	W	Nb	P
Base metal	Bal.	34.97	26.71	0.45	1.78	0.40	0.42	0.64	1.26	-
Insert metal	-	Bal	-	-	-	-	-	-	-	11.0

으로 연마한 후 삽입금속과 함께 아세톤 용액에서 초음파세척을 하였다.

접합실험은 방전플라즈마 소결로(SPS, Spark Plasma Sintering)와 일반 수평 관상로를 사용하였다. 소결접합 장치내의 진공도가 10 Pa 이하가 된 이후에 100°K/min의 승온 속도로 소정의 접합온도까지 가열·유지하였으며, 접합이 끝난 후에는 직류펄스 전류의 통전을 차단하여 접합 장치내에서 자연 냉각시켰다. 온도측정은 K-type 열전대를 흑연 몰드 외벽에 삽입하여 측정하였으며, 이때 측정온도와 흑연 몰드 내부의 접합시편과의 온도차이는 접합시편 외벽에서의 온도를 측정한 후 보정하여 사용하였다(이후 온도표기는 접합시편의 온도로 보정한 온도를 의미함). 접합 온도는 895~1015°C, 유지 시간은 1~30분으로 변화시켰으며, 접합부의 폭을 감소시켜 접합시간을 단축할 목적으로 소정의 접합압력을 가하였다. 즉, 접합시편에 가해지는 접합압력을 제어하기 위하여 흑연 몰드와 상하의 전극 사이에 지지대를 삽입함으로써 승온시에는 펀치를 통하여 접합시편에 대한 가압력이 50 MPa로 일정하게 가해지다가 삽입금속의 용융 후에는 접합압력으로 인한 액상의 누출이 일정한도 이상으로 발생하지 않도록 하였다.

즉 액상 형성 후에는 접합시편에 대해 접합압력이 더 이상 가해지지 않도록 지지대의 길이를 설정하여 접합압력을 제어하였다.

접합부의 간극이 큰 경우에 분말로 접합간극을 제어할 수 있도록 모재/MBF-60/분말/MBF-60/모재의 배열과 같이 분말을 두 삽입금속의 사이에 삽입한 후 수소가스 분위기의 관상로에서 접합을 실시하였다. 관상로의 경우 모재는 12×12×4mm³ 크기로 가공하였으며, 접합시편의 상부에는 초경합금으로 된 추(100 g)를 놓아 최소한의 접합압력이 가해지도록 하였다. 접합은 방전플라즈마 소결로의 경우 895~1015°C, 일반 관상로의 경우는 850~1200°C의 온도에서 실시하였다.

접합부에 대한 미세 조직의 관찰은 접합이 완료된 시편을 접합계면에 수직되게 절단한 후 연마지와 0.05 μm 크기의 알루미나 현탁액을 사용하여 단계적으로 연마한 다음 무리카미 용액으로 부식시킨 후 광학현미경과 주사전자현미경을 이용하여 관찰하였다. 접합부에 대한 원소분석에는 EPMA를 이용한 선 분석을 행하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 소결 접합에 의한 접합거동

그림 2는 Ni-P 2원계의 MBF-60 삽입금속을 사용하여 895~1015°C의 접합온도에서 액상화산접합을 수행한 경우의 접합부의 미세 조직을 광학현미경으로 관찰한 것이다. 수지상 사이에 입상의 크롬계 탄화물이 형성되어 있는 모재의 전형적인 주조조직 사이에서 뚜렷하게 구분되고 있는 흰 영역이 접합부이다. Fe기 모재에 대해 Ni기의 삽입금속을 사용한 것은 Ni이 Fe와 같은 γ상의 면심입방 구조의 치환형으로 접합부를 형성하여 접합부에서 유해한 금속간화합물을 형성하지 않을 것이기 때문이다. 접합부는 두께 44 μm의 삽입금속이 승온 도중에 액상으로 된 후 접합압력에 의해 액상의 일부가 접합부 외부로 누출되고 지지대에 의해 접합압력이 더 이상 접합시편에 가해지지 않게 되면 잔류한 삽입금속의 액상이 모재와의 반응에 의해 모재의 용융 및 삽입금속의 등온응고가 진행되어 접합부를 형성하게 되기 때문에 접합부의 폭은 삽입금속의 초기 두께와 비교할 때 크게 감소되어 형성되어 있다. 삽입금속의 용융 온도 직상인 895°C에서 5분 유지하여 접합한 시편에서는 삽입금속이 용융된 후 액상상태에서 등온응고가 완료되지 않아 접합부내에는 잔류액상이 접합계면을 따라 연속적으로 존재하였다. 접합시간을 30분 유지한 경우에는 등온응고의 진행으로 접합계면에 연속적으로 존재하던 잔류액상은 크게 감소하여 접합부내에 불연속적으로 산재하고 있으며 접합부의 폭도 감소하였다. 접합온도 955°C와 1015°C에서는 5분 유지하여 접합한 경우에도 접합부내에 잔류액상은 거의 사라지고 부분적으로 극히 소량만이 잔류하고 있는 것으로 볼 때 용융된 삽입금속의 등온응고는 거의 완료되어 감을 알 수 있으며, 1015°C에서 30분 유지한 시편의 경우에는 접합부가 거의 소멸되었다. 접합부의 폭은 895°C에서 접합한 경우와 비교하여 접합온도와 접합시간이 고온·장시간일수록 감소하였으며, 접합부의 경계가 불명확하였다. 또한, 접합부내에 반응생성물은 존재하지 않았다.

접합부내의 잔류액상의 소멸과 등온 응고후 성분 원소의 균질화 정도를 조사하기 위하여 접합부에서의 원소분포를 EPMA를 이용하여 분석한 결과를 그림 3에 나타내었다. 그림 3은 895°C에서 30분 접합

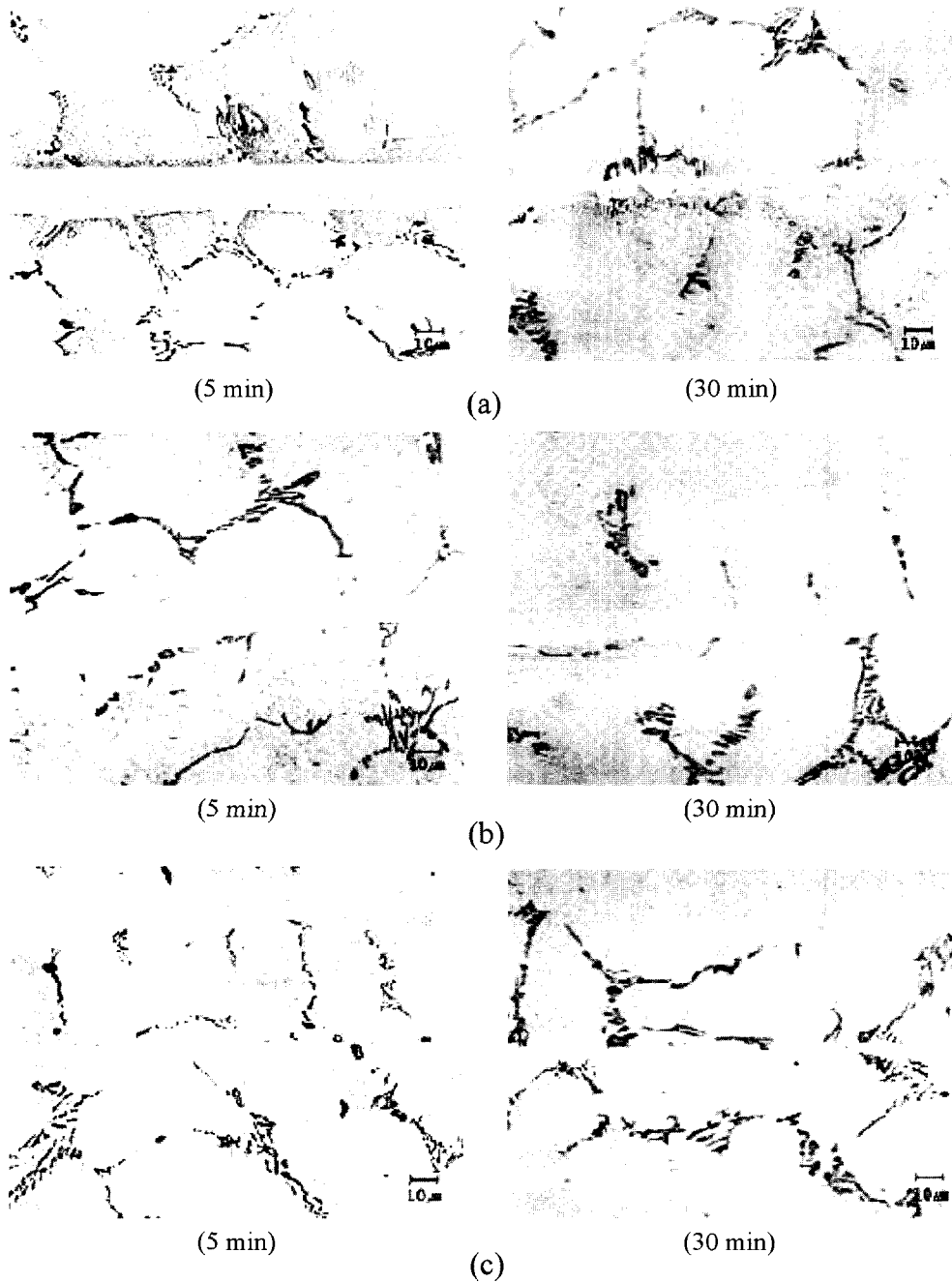


Fig. 2. Microstructure of bonded interlayer at (a) 895°C, (b) 955°C, (c) 1015°C.

한 시편의 접합부내에 잔류액상이 존재하는 부분에 대해 선 분석한 결과이다. 접합부의 중심에 섬상으로 존재하는 부분이 잔류액상으로서, 잔류액상이 없는 접합부(위치 ①)에서의 선 분석 결과를 보면 접합부

에서 Ni과 P의 농도가 모재부에 비해서 높은 것에 비해 Fe와 Cr의 농도는 모재부에 비해 상대적으로 낮게 나타난 것으로부터 이들 원소의 균질화는 아직 이루어지지 않았음을 알 수 있다. 잔류액상(위치 ②)

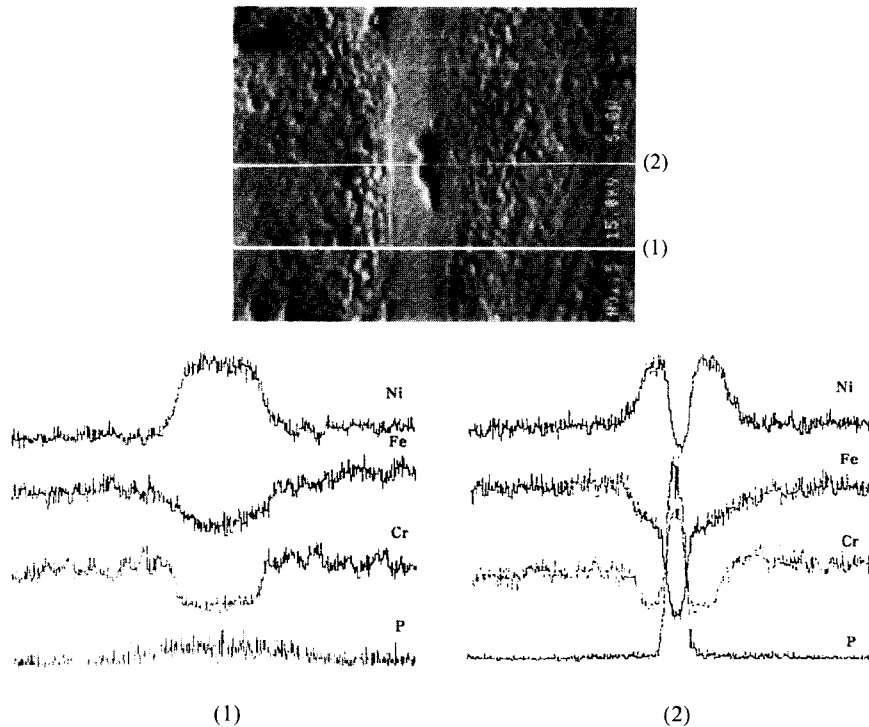


Fig. 3. Microstructure of bonded interlayer and EPMA line-profile.

에 대하여 원소분포를 조사한 결과 잔류 액상부에서 P의 농도는 등은 응고된 고상 영역에 비해 매우 높았으며 Cr 또한 모재 영역보다도 농도가 높게 나타났으며, 잔류 액상부에서의 Ni과 Fe의 농도는 고상 영역보다도 낮게 나타났다. 이러한 농도분포는 액상 확산접합 초기의 전형적인 계면반응 거동을 나타내는 것이라 할 수 있다. 즉 삽입금속이 액상으로 된 후 삽입금속과 모재의 접합계면에서는 P가 모재 중으로 확산되면서 국부적으로 모재의 용해현상이 일어나게 되고 이로 인해 모재 중의 Fe와 Cr이 액상의 삽입금속으로 확산하여 유입된다. 이후 접합온도에서 유지하는 동안 P가 지속적으로 모재로 확산하여 유출됨에 따라 액상중 P의 농도가 액상선 농도 이하로 감소되면서 등은응고가 시작되어 접합부에서 액상의 양은 점차 감소하게 된다. 등은응고 과정에서 Cr보다 확산계수가 큰 Fe는 고상 중으로 빠르게 이동하여 잔류액상에서의 Fe 농도는 Cr보다도 낮게되며, 접합부에서의 이와 같은 농도의 불균일한 분포는 잔류 액상중 P의 지속적인 확산유출로 등은응고가 완료되면 사라지게 되므로 등은응고 과정은 융점저하

원소 P의 확산율속 과정이라고 할 수 있을 것이다. 따라서 잔류액상의 소멸은 접합온도에 크게 의존하고 있으므로 접합온도는 접합부에서의 등은응고의 빠른 완료와 함께 성분원소의 균질화를 위해 모재의 열화를 초래하지 않는 범위 내에서 고온일수록 유리하다고 할 수 있다.

김대업 등의 연구자들^{7,8)}에 의한 연구에서 접합부 특성을 보면 1180°C(승온속도 10°K/min)에서 10분간 유지한 접합 시편의 EPMA 분석 결과 Fe, Ni의 거동은 본 연구와 일치하는 결과를 보여주고 있다. 즉, Ni은 모재에 비해 농도가 높고 Fe는 낮은 경향을 보여주고 있다. 방전플라즈마 소결 접합의 경우 상대적으로 낮은 온도에도 불구하고 동일한 경향을 보여주는 것은 국부적인 접합 부위의 온도가 높기 때문이라고 생각된다.

3.2. 고상입자 성장이 일어나지 않는 경우의 등은응고과정

그림 1은 Al₂O₃ 분말을 이용하여 모재/MBF-60/Al₂O₃분말/MBF-60/모재 배열로 1150°C에서 5분간

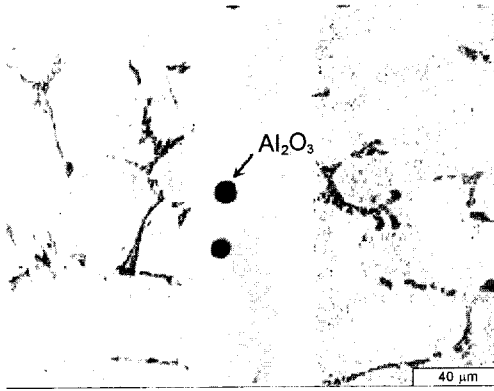


Fig. 4. Microstructure of the interlayer bonded at 1150°C for 5 min with Al₂O₃ added to MBF-60 as insert material.

접합시킨 시편의 미세 조직을 보여주고 있다. Al₂O₃는 액상기지와의 물질이동이 없는 계이므로 접합계면의 이동은 전형적인 천이액상접합의 접합단계인 삼입금속의 용융/모재의 용해/등온응고 과정을 따르고 있음을 알 수 있었다. 따라서, 그림 4에서 액상 기지 내에 존재하는 고상 입자인 Al₂O₃의 거동은, 액상내 어떤 원소도 Al₂O₃ 내로 확산이 일어나지 않으므로 등온응고 속도 즉, 액상의 소멸과정에 아무런 영향을 주지 못하며, Al₂O₃ 고상분율이 많을 경우 삼입금속 내로의 계면이동 속도는 존재하는 고상입자의 영향으로 저하될 가능성은 있다.

그림 5는 액상소결삽입재(Fe-4.5wt%P)를 이용하여 소결온도와 동일한 온도에서 Fe/액상소결삽입재/Fe 배열로 접합시킨 시편의 미세조직으로서 본 연구자가 기존에 발표한 연구결과이다.⁴⁾ 접합온도와 소결온도가 동일하므로 액상소결삽입재 내의 고상 입자와 액상기지 사이에는 평형조성을 갖게되고, 접합시

이론적으로 모재의 용융이나, 접합부의 고상입자액상기지 사이에는 물질 이동이 없다. 따라서 접합이 진행되어 등온응고가 완결되어도 고상 입자의 크기는 아무런 변화가 없다. 이때, 접합계면의 이동은 확산율속 과정이므로 등온응고에 따른 접합계면의 이동거리 $\chi = k(Dt)^{1/2}$ (단, k는 상수, D는 용질원소의 확산 계수, t는 접합시간)로 표현되며, 본 연구자의 기존 실험결과에서도 $t^{1/2}$ 의존성이 증명되었다.⁴⁾

Fe/Fe-P액상소결삽입재/Fe계의 경우, 시간에 따른 접합계면의 이동거리 χ 의 기울기는 Ikawa의 제안식⁹⁾ 및 Lesoult의 제안식¹⁰⁾에 의하면 각각 0.8, 1.28로 계산되며,⁴⁾ 이 값들은 실험에 의해 얻어진 값⁴⁾인 2.4와는 차이가 크다. 이러한 차이는 접합중 접합계면과 고상입자가 만날 경우, 순간적으로 고상입자의 크기만큼 이동이 일어난 것으로 생각할 수 있기 때문이며, 이와 같은 고상입자의 영향을 고려하여 기울기를 계산해보면 실험에 의한 측정값과 거의 일치함을 알 수 있다.⁴⁾ 또한 장시간 접합에도 불구하고 고상 입자의 표면에서 등온응고를 통한 성장거동을 관찰할 수 없었으며, 입자크기의 분포가 있었음에도 불구하고 일반적인 액상소결에서 발생하는 Ostwald ripening 현상 또한 일어나지 않았다. 이 경우, 고상입자성장이 관찰되지 않은 것은 액상소결삽입재 제조과정에서 이미 고상 입자들이 상태도상의 평형조성에 도달하여 즉, 용질원소 P가 고상 입자내로 확산됨에 따라 나타나는 현상인 등온응고의 구동력이 없기 때문인 것으로 생각된다. 또한 Ostwald ripening 현상이 나타나지 않은 것은 삼입층이 모재에 대하여 용질원소 P의 공급원 역할을 하기 때문에, 확산의 주 flux는 삼입금속의 액상으로부터 모재 방향으로의 용질원소 이동이 될 것이며, 따라서 고상입자의 성장과

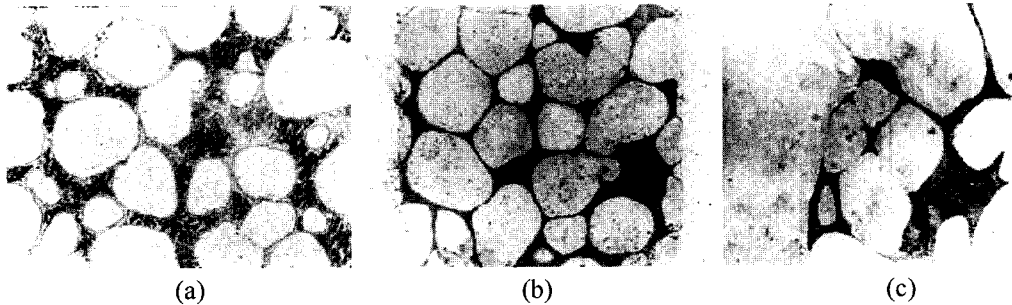


Fig. 5. Microstructure of (a)insert metal (sintered at 1200°C for 60 min) and the interlayer bonded for (b) 10 min, (c) 60 min. Bonding temperature was 1200°C⁴⁾.

소멸을 위한 용해와 재석출 확산구동력 보다 용질원소가 모재로 확산하는 구동력이 현저히 높기 때문으로 생각된다.

3.3. 고상입자 성장이 일어나는 경우의 등온응고과정

액상확산 접합법을 실제 시공작업에 적용할 경우에는 피접합면의 기계가공 공차 등의 관점으로부터 접합부의 간극이 100 μm 또는 그 이상으로 큰 경우를 고려할 필요가 있으며, 이 경우 접합부 폭의 증대로 인해 접합완료에는 매우 장시간이 소요될 것으로 예상되므로 접합시간의 단축을 도모할 필요가 있다. 액상확산접합에서 액상의 소멸은 고상액상의 접합계면을 통한 액상중의 용질원자의 확산에 의존하므로 액상에 대한 고상의 분율이 클수록 액상소멸에 필요한 시간은 단축될 것이다. 이에 따라 접합시 액상의 삼입 금속중에 고상 입자가 존재하도록 접합부를 구성하여 접합을 수행하였다. 그림 6(a), (b)는 접합부에 삼입재로서 MBF-60 박판 사이에 Ni분말을 적층하여 삼입한 후 모재/MBF-60/Ni분말/MBF-60/모재의 형태로 배열한 접합시편을 관찰하여 950°C에서 접합한 후 광학현미경으로 접합부를 관찰한 것이다. 접합온도에 도달하면 액상 삼입재(MBF-60) 기지속으로 Ni 분말의 용해가 일어나고, 이 용해는 접합온도에서 고상이 정출하는 평형액상 조성이 될 때까지 계속될 것이며, 모재(Fe-Ni-Cr계) 보다도 우선적으로 용해될 것이다. 평형액상에 도달하고, 용질원소(P) 및 모재 내의 Fe, Cr 등의 영향으로 등온응고가 일어나기 시작하면, 고상색상이 혼재된 접합부의 고상은 액상기지 내에서 등온응고를 통해 그 분율이 점차 증가하게 될 것이다. 따라서 고상입자의 표면

보다 많은 고상이 정출될 것이며, 이는 용융된 고상 입자 주위가 확률적으로 평형상태 액상조성보다 많은 Ni이 분포되어 있기 때문이다. 이를 검증하기 위해 Fe 분말을 이용하여 MBF-60 액상기지내에 Fe 구형 분말이 분산된 상태에서 접합을 수행하였다. 그림 6(c)에 나타난 바와 같이 모재와 액상삼입재 계면에 정출된 고상과, 액상삼입재 기지내 고상인 Fe 입자주위에 정출된 부분을 확인할 수 있으며, 액상기지내의 인접된 Fe 입자 주위에 보다 많은 정출된 고상이 나타났다.

그림 6(a), (b)는 Ni 분말이 비교적 많은 경우이며, 접합이 진행됨에 따라 접합부내의 고상 입자는 빠르게 성장함을 알 수 있다. 이러한 빠른 고상 입자의 성장은 Ostwald ripening에 의한 입자 성장과는 큰 차이가 있다. Ostwald ripening에 서는 작은 입자의 소멸 대가로 큰 입자가 크게 성장하게 되나 본 실험의 경우 입자의 크기에 관계없이 공존 액상으로부터 용질이 공급되는 한 성장하게 될 것이다. 또한 성장이 계속됨에 따라 입자의 접촉은 피할 수 없게 될 것이며, 그 결과 응집과 합체가 일어나게 된다. 이러한 결과는 고체 입자의 체적 분율이 매우 작지 않는 한 항상 일어날 것이다. 따라서 입자의 성장은 물리적인 입자의 접촉 및 고유한 확산 성장의 두 가지 효과에 의해 이루어지게 될 것이다.

Ni 분말양이 작을 경우 액상의 삼입금속(Ni-11wt%P)에 첨가한 Ni 분말이 우선적으로 용해될 것이다. 즉, 접합온도에서 고상이 생성되기 시작하는 조성(Ni-8~9 wt%P)에 접근할 때까지 용해가 일어날 것이다. 또한 Ni의 용해와 더불어 P는 모재 속으로 확산이 일어나게 되어, 접합 계면에서는 계면과 확산

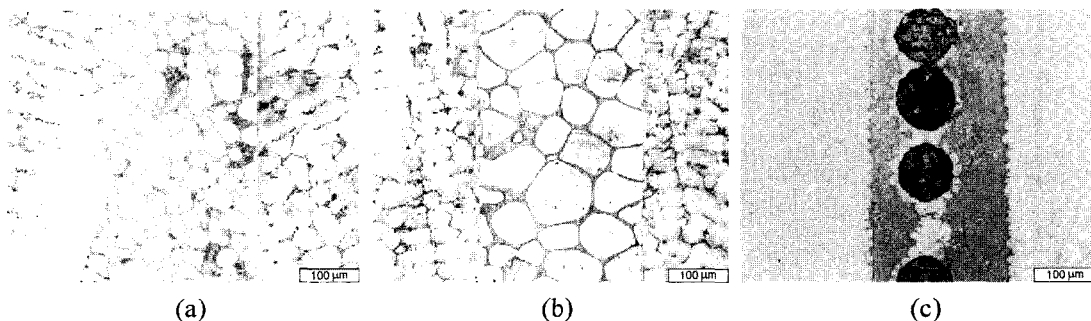


Fig. 6. Growth of the solid particles in the bonded interlayer at 950°C (a), (c) 5 min, (b) 30 min, Ni powder ((a), (b)) and Fe powder added (c) to liquid insert metal(MBF-60).

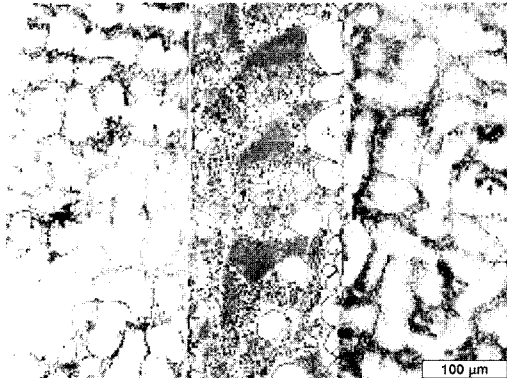


Fig. 7. Microstructure of bonded interlayer at 900°C, 30 min with small amount of Ni-powder.

접합이 일어난 고상 입자의 경우 용해와 등은 응고가 동시에 발생하며, 액상의 삼입 금속의 중앙 부위의 Ni 분말들이 완전히 용해된 후에는 접합 계면의 입자(접합된)는 중심부로 성장이 일어날 것이다(그림 7).

그림 8은 900°C, 30분간 유지한 시편의 접합시 접합부위의 고상 입자 부위의 EPMA 분석결과이다. 고상 입자는, EPMA 결과에 나타난 바와 같이 실험 범위의 온도에서는 거의 Ni로 이루어져 있으며, Fe 및 Cr은 거의 용해되지 못한 것으로 보여진다. 접합 온도에서 액상(Ni-P계) 내에 미량의 Fe와 Cr이 확산, 용해될 수는 있으나, Fe-P, Cr-P는 상태도 상에서 액상을 형성하지 못하기 때문에, 액상기지 또는 정출된 고상에서 EPMA에 의한 Fe, Cr의 선분석 농도(counts)는 거의 0에 가깝다. 반면, Ni의 경우 Ni-11wt%P 조성의 액상기지가 접합온도인 900°C에서의 평형액상 조성인 Ni-8~9 wt%P에 도달할 때까지, 첨가된 Ni 분말의 용해가 우선적으로 일어나며, 용질원자의 확산 소멸에 따라 용해가 일어난 Ni 분말 표면, 모재/삼입재 계면에서 등온응고에 의해 정출된 고상의 조성은 대부분이 Ni일 수밖에 없다.

이는 MBF-60만을 사용하여 SPS(895°C)로 접합시킨 시편의 EPMA 결과와는 많은 차이를 보여주고 있다. 이는 SPS 접합의 경우 직접 통전하는 방식이기에 접합부가 액상이 되면 저항이 작아지게 되고, 따라서 모재 부위보다 높은 온도가 될 것으로 예상된다. 그림 3에 나타난 바와 같이 접합 부위의 Cr, Fe의 농도는 그림 8과는 달리 상당히 높게 나타나며, 이는 모재의 용융 유입이 원인으로 생각된다. 따라서

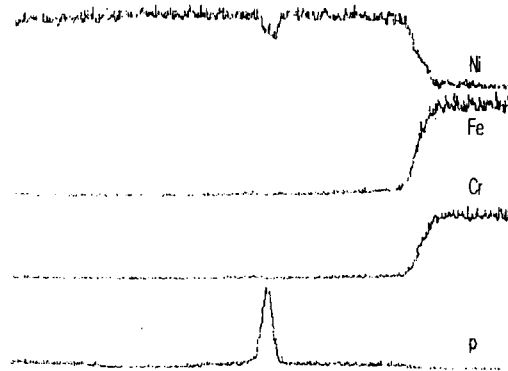
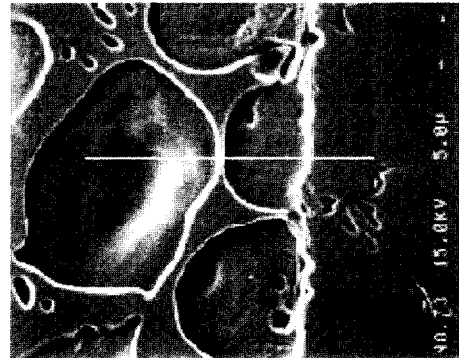


Fig. 8. Microstructure of bonded interlayer at 900°C, 30 min and EPMA line-profile.

SPS 접합의 경우 접합 부위의 고온 현상으로 인한 보다 효율적인 접합이 가능하며, 분말의 첨가와 SPS 접합을 동시에 실시하게 되면 보다 낮은 온도(모재부) 및 접합 시간의 단축에 크게 기여 할 것으로 판단된다.

그림 9는 모재/MBF-60/Fe분말/MBF-60/모재의 배열로 각각 950°C, 1100°C에서 5분간 접합시킨 시편의 EPMA 분석결과이다. 그림 9(a)에 나타난 바와 같이 950°C의 접합온도에서는 정출된 고상은 대부분이 Ni이며, 미량의 Fe와 Cr을 포함하고 있다. Fe와 Cr의 EPMA 선분석 결과를 비교하여 보면 정출되는 부분의 Fe는 12,000 counts 정도이며, 반면 Cr은 2,000 counts 미만이다. 미량의 Cr은 모재에서만 유입이 가능하므로 액상 삼입재에 용해되는 Fe는 첨가된 Fe 분말에서 유입된 것으로 보여진다.

접합온도가 Fe-P계의 액상 형성온도보다 높을 경우에는 그림 9(b)에 나타난 EPMA 분석결과와 같이 정출된 부분의 Fe는 10,000 counts로, 액상 기지내

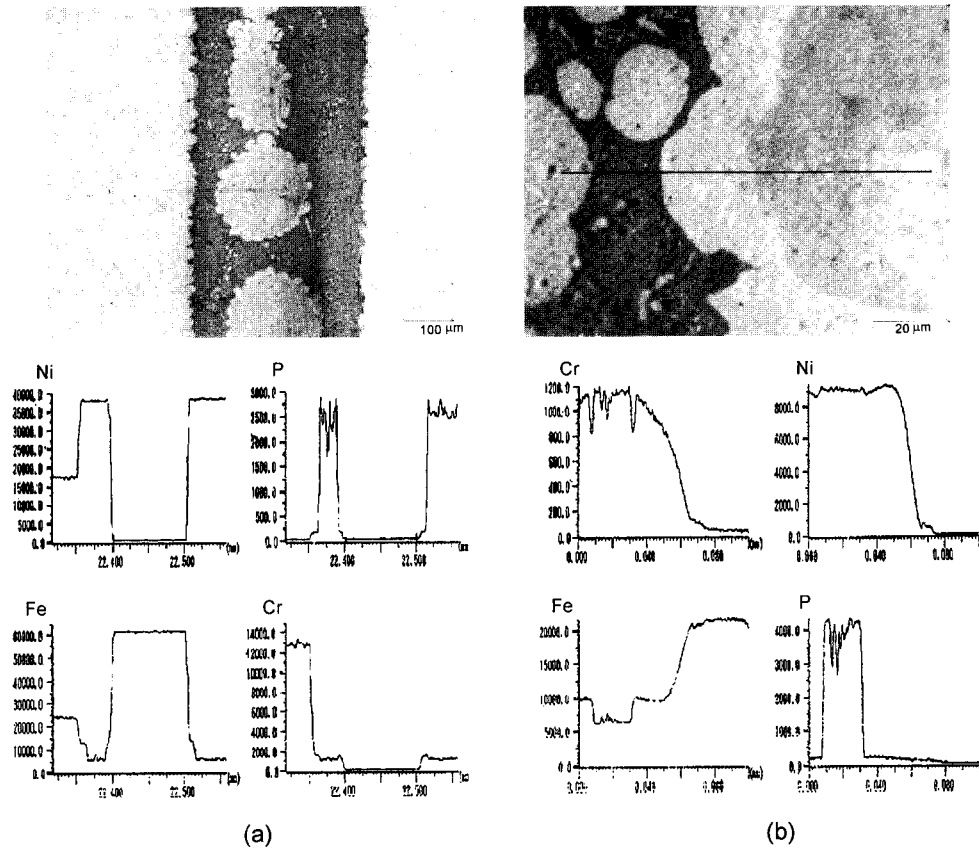


Fig. 9. Microstructure and EPMA line-profile of the interlayer bonded at (a) 950°C, (b) 1100°C for 5 min.

순수 Fe의 최대 counts가 20,000인 것을 감안할 때, 950°C 접합시와 비교해보면 정출 부위의 조성은 대부분 Ni이지만, Fe와 Cr이 상당량 고용되어 있음을 알 수 있다.

액상기지 내에 고상입자가 성장하는 경우의 등온응고는 공존액상으로부터 용질이 공급되는 한 고상입자의 성장이 계속될 것이며, 따라서 고상입자의 성장이 등온응고 과정을 지배하게 될 것이다. 용질의 공급이 없어서 고상과 액상의 계면이 평형상태에 도달하게 되면, 고상입자의 성장은 더 이상 일어나지 않고 접합계면의 이동에 의해 등온응고가 지배될 것이며, 이는 Fe/Fe-P/Fe분말/Fe-P/Fe 배열의 접합에서 확인되었다.⁴⁾

4. 결 론

HP계 Ni-Cr 내열주강에서 소결접합시 천이액상접

합 거동과 고상액상이 공존하는 삼입재를 이용한 천이액상접합에서 고상 입자의 거동은 다음과 같다.

1. 방전플라즈마 접합에서 액상의 삼입 금속과 모재의 저항 차이에 기인한 고온의 형성으로 보다 효율적인 접합이 가능하였다.
2. 액상기지와 물질이동이 없는 고상입자의 등온응고과정은 첨가된 고상입자의 영향이 없는 전형적인 천이액상접합의 과정에 의해 일어난다.
3. 액상 기지와 고상입자 사이에 평형조성이 이루어진 경우 등온응고시 고상입자의 성장은 일어나지 않았다.
4. 액상기지와 고상입자 사이에 물질이동이 있을 경우, 고상입자의 성장이 빠르게 진행되며, 고상 입자의 성장에 의해 등온응고 속도가 지배된다. 성장된 고상입자의 경우 정출된 부위의 조성은 접합온도에 따라 달라지며, 주로 액상기지 조성에 의해 지배된다.

감사의 글

본 연구는 1996년도 교육부 신소재 분야 학술연구 조성비 지원에 의해 수행되었으며, 이에 감사드립니다. 또한 연구 기기를 지원해주신 울산대학교 지역협력연구센터(RRC-ReMM)에 감사드립니다.

참고문헌

1. 강정윤, 김대업, 우인수: 대한금속학회보, **12** (1999) 667.
2. D. S. Duval, et al.: Welding Journal, **204** (1974) 203.
3. Y. Nakao, K. Nishimoto, K. Shinizaki, C. Y. Kang and H. Shigeta: Trans. Jpn. Weld. Soc., **23** (1992) 82.
4. Y.-S. Kwon, J.-S. Kim, J.-S. Moon and M.-J. Suk: J. Mater. Sci., **35** (2000) 1917.
5. 耐熱材料溶接小委員會, 耐熱材料の溶接ガイドブック (1985) 41.
6. 권영순, 김윤희, 김지순, 석명진: 한국분말야금학회지, **8** (2001) 61.
7. 김대업: 대한용접학회지, **18** (2000) 509, 733.
8. 김대업, 정승부, 강정윤: 대한용접학회지, **18** (2000) 630.
9. H. Ikawa, Y. Nakao and T. Isai: J. Jpn. Weld. Soc., **47** (1978) 440.
10. G. Lesoult: Int. Met. Rev., **28** (1983) 1.