

PBF와 DED 공정으로 제조된 17-4PH 스테인리스 강의 미세조직 및 기계적 특성 평가

윤종천*, 이민규*, 최창영*, 김동혁*, 정명식*, 최용진*, 김다혜*[#]

*한국생산기술연구원 극한가공기술그룹

Evaluation of Microstructure and Mechanical Properties in 17-4PH Stainless Steels Fabricated by PBF and DED Processes

Jong-Cheon Yoon*, Min-Gyu Lee*, Chang-Young Choi*,
Dong-Hyuk Kim*, Myeong-Sik Jeong*, Yong-Jin Choi*, Da-Hye Kim*[#]

*Extreme fabrication technology R&D group, Korea Institute of Industrial Technology

(Received 13 March 2018; received in revised form 13 March 2018; accepted 19 March 2018)

ABSTRACT

Additive manufacturing (AM) technologies have attracted wide attention as key technologies for the next industrial revolution. Among AM technologies using various materials, powder bed fusion (PBF) processes and direct energy deposition (DED) are representative of the metal 3-D printing process. Both of these processes have a common feature that the laser is used as a heat source to fabricate the 3-D shape through melting of the metal powder and solidification. However, the material properties of the deposited metals differ when produced by different process conditions and methods. 17-4 precipitation-hardening stainless steel (17-4PH SS) is widely used in the field of aircraft, chemical, and nuclear industries because of its good mechanical properties and excellent corrosion resistance. In this study, we investigated the differences in microstructure and mechanical properties of deposited 17-4PH SS by PBF and DED processes, including the heat treatment effect.

Key Words : Additive Manufacturing(적층가공), Metal 3D Printing(금속 3D 프린팅), Microstructure(미세조직), 17-4PH stainless steel(17-4PH 스테인리스 강)

1. 서 론

4차 산업혁명의 핵심 기술로 3D 프린팅 기술이 이슈화됨에 따라 기존 제조공정을 대체하는 적층가공(Additive Manufacturing, AM)에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다^[1-9]. 적층가공기술은 기존의

Top-down 공정과 반대되는 기술로 소재를 한 층씩 쌓아 올려 제품 형상을 구현하는 기술이다^[4-9]. 이러한 적층가공기술은 적층 공정이 갖는 기하학적 자유도와 제조 공정 간소화를 이용하여 제품의 경량화, 소재 절감, 난형상 제품 제조 및 시제품 제작 측면 등에서 많은 장점이 있다^[5-11].

적층가공에는 고분자와 세라믹, 금속 등 다양한 재료가 사용되고 있으며, 금속을 사용하는 적층가공 기술에는 주로 레이저를 열원으로 하는 PBF

Corresponding Author: dahye.kim@kitech.re.kr

Tel: +82-53-580-0153, Fax: +82-53-580-0130

(Powder Bed Fusion)와 DED(Directed Energy Deposition) 공정이 대표적이다^[7-8]. PBF 공정의 경우 플랫폼 위에 미립의 금속 분말을 얇게 도포한 뒤 선택적으로 레이저 또는 전자빔 등을 조사하여 용융시켜 적층하는 공정이며^[5,7-8], DED 공정의 경우 모재의 적층할 위치에 고에너지의 레이저를 조사하여 국부적 용융풀(melt pool)을 형성시킨 뒤 용융풀에 금속 분말을 공급하여 적층하는 공정이다^[4-5]. 두 공정 모두 금속 분말의 용융 과정을 거치는 공통점을 갖지만 적층 공정과 적층 조건에 따라 적층된 소재의 미세조직 및 기계적 특성 등이 달라지며 아직 이에 대한 연구는 부족한 상황이다.

본 연구에 사용된 17-4PH 스테인리스 강(15-17.5 Cr, 3-5 Ni, 3-5 Cu, <1 Mn, Si, 0.15-0.45 Nb, balance Fe in wt%)은 대표적인 마르텐사이트계 스테인리스 강으로, 시효 열처리 시 마르텐사이트 기지에 미세한 구형의 Cu-rich 상이 석출하는 석출경화형 합금이다^[12-14]. Cr의 높은 함량과 Nb, Cu 등의 석출에 의해 우수한 내부식성과 강도를 가지므로 해양 환경과 발전소 등의 구조 재료로 사용되고 있으며^[15-16], 분말로 제조하여 적층 가공 소재로도 널리 사용되고 있다.

본 연구에서는 17-4PH 스테인리스 강을 사용하여 PBF와 DED 공정으로 각각 시편을 제조하였고 사용 소재가 열처리가 요구되는 합금이기에 일부 시편에 대해 용체화 열처리와 시효 열처리를 진행하였다. 제조된 시편에 대해 미세조직 관찰 및 상 분석을 진행하였으며 인장 시험을 통해 기계적 특성평가를 진행하였다. 이러한 실험 결과를 바탕으로 PBF와 DED 공정으로 적층된 두 시편의 미세조직 및 기계적 특성을 비교 평가하였다.

2. 실험 방법

17-4PH 스테인리스 강의 적층가공 공정에 따른 물성 차이를 보기위해 DED 공정에 기반한 DMT(Direct Metal Tooling) 장비와 PBF 공정에 기반한 SLM(Selected Laser Melting) 장비를 이용하여 환봉형태로 적층하였다. 적층공정 세부조건은 Table 1에 나타내었다. Table 2는 Electron probe X-ray

Table 1 Conditions of PBF and DED processes

Parameter	PBF	DED
Laser spot diameter (μm)	75	500
Laser power (W)	135	380~400
Scan centering spacing (μm)	50	500
Scanning speed (mm/s)	1200	14
Environments	N ₂ , Room temperature	Ar, Room temperature

Table 2 Chemical composition of 17-4PH SS fabricated by PBF and DED processes (wt%)

	Fe	Cr	Ni	Cu	Si	Mn	Nb
PBF	Bal.	16.14	4.64	3.29	0.72	0.65	0.2
DED	Bal.	16.88	4.93	4.01	0.92	0.94	0.18

microanalyzer(EPMA) 장비를 이용하여 적층된 시편의 조성 분석 결과를 나타내며, 조성이 ASTM A564의 기준에 부합함을 확인하였다. 석출경화형 합금인 17-4PH 스테인리스 강의 열처리 전과 후의 변화를 보기위해 각각 적층된 시편의 일부에 대해 용체화 열처리(1040 °C, 0.5 hr, AQ)와 시효 열처리(620 °C, 4 hr, AQ)를 진행하여 시편을 제조하였다. 적층 가공된 시편의 기계적 특성을 평가하기 위해 각 조건에 대해 5회 이상 인장시험을 수행하였다. 적층가공 공정과 열처리 여부에 따른 기계적 특성과 미세조직의 관계를 확인하기 위해 Field emission scanning electron microscope(FE-SEM)장비를 이용하여 미세조직을 관찰하였고 존재하는 상과 상분율을 확인하기 위해 X-ray diffraction (XRD), Electron back-scatter diffraction (EBSD) 장비를 이용하였다.

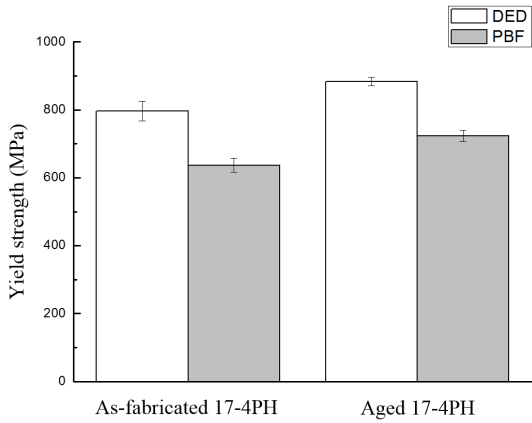


Fig. 1 The yield strength of the deposited 17-4PH SS by DED and PBF processes before and after heat treatment

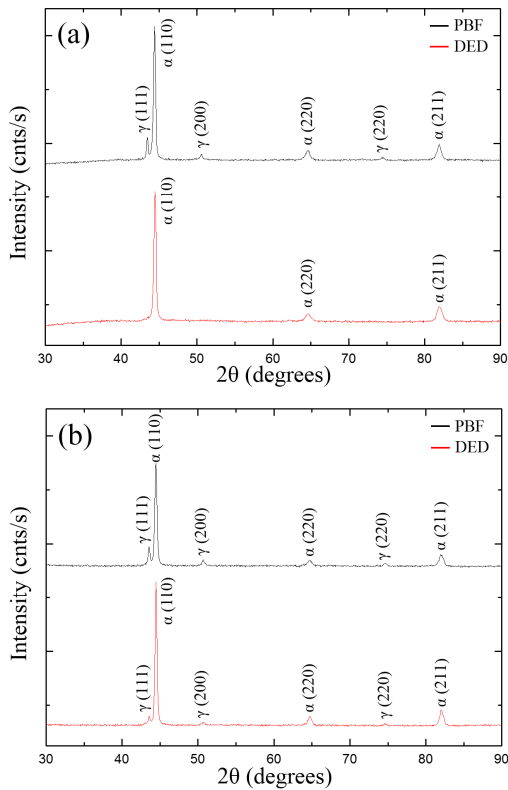


Fig. 2 X-ray diffraction patterns of (a) the as-fabricated 17-4PH SS and (b) the heat-treated deposited 17-4PH SS

3. 실험결과 및 고찰

3.1 인장시험

Fig. 1은 PBF와 DED 공정으로 제조된 17-4PH 스테인리스 강의 열처리 전, 후에 따른 항복강도 차이를 나타낸다. 두 공정 모두 열처리 후의 강도가 열처리 전의 강도보다 증가하는 것을 확인할 수 있다. 이는 시효 열처리에 의해 마르텐사이트 기지 내 Cu-rich 상의 석출 때문인 것으로 보이며, 이는 LebRun, T의 PBF 공정으로 제조된 17-4PH 스테인리스 강에 대한 연구 결과^[17]와 유사한 경향을 보인다. 열처리 후 강도의 표준 편차가 줄어드는 것은 적층 공정 중 집속 열원에 의해 생성되는 액체금속이 응고되면서 발생하는 수축과 적층부의 온도 차이에 의한 열적 뒤틀림(Thermal distortion)이 용체화 열처리와 시효 열처리를 거치며 균질화 및 풀림이 진행된 것으로 판단된다. 그러나 열처리 전과 후 모든 조건에서 DED 공정으로 제조된 시편이 PBF 공정으로 제조된 시편보다 강도가 높은 것을 확인할 수 있는데 이에 대한 원인 분석으로 미세조직 및 상분석을 진행하였다.

3.1 미세조직 관찰 및 상분석

Fig. 2는 적층 공정과 열처리 여부에 따른 XRD 분석 결과를 나타낸다. Fig. 2(a)에서는 PBF와 DED 공정으로 제조한 후, 열처리 전 17-4PH 스테인리스 강(이하, as-fab PBF, as-fab DED)의 존재상을 나타내고 있다. 두 공정 모두 마르텐사이트(α) 기지로 존재하지만 as-fab PBF의 경우 오스테나이트(γ) 상이 존재하는 것을 확인하였다. Fig. 2(b)에서는 PBF와 DED 공정으로 적층 후 열처리한 17-4PH 스테인리스 강(이하, heat-treated PBF, heat-treated DED)의 XRD 분석 결과를 나타내고 있으며 두 공정 모두 마르텐사이트 상과 오스테나이트 상이 공존하는 것을 확인하였다.

Fig. 3은 DED, PBF 공정으로 적층된 시편의 열처리 전, 후의 미세조직을 나타낸다. 적층 직후의 미세조직의 경우 두 공정 모두 마르텐사이트 기지 조직으로 유사하지만 as-fab PBF의 경우, Fig. 3(c)에서 볼 수 있듯, 오스테나이트 상이 혼합하여 존

재하는 것이 관찰된다. 열처리 후의 미세조직에서는 입계와 입내 모두 오스테나이트 상이 형성되는 것을 확인하였으나 heat-treated PBF에서 더 많은 오스테나이트 상이 존재하는 것을 확인하였다 (Fig. 3(b)와 Fig. 3(d) 참조).

상분율에 대한 보다 정량적인 분석을 위해 EBSD 장비를 활용하여 마르텐사이트 상과 오스테나이트 상의 분포와 분율을 분석하였고 분석 결과를 Fig. 4에서 이미지로 나타내고 있다. as-fab DED의 경우 오스테나이트 상이 $0.5\ \mu\text{m}$ 이하의 크기로 조직 내 전체적으로 균일하게 존재하였으며 오스테나이트 상의 상분율은 1.1%로 측정되었다. as-fab PBF에서는 $2\ \mu\text{m}$ 정도의 오스테나이트 상이 국부적으로 존재하였고 상분율은 17.7%로 측정되었다. heat-treated DED와 heat-treated PBF의 경우 모두 전체적으로 균일한 오스테나이트 상 분포를 보이나 상분율은 2.6%와 29.4%로 heat-treated PBF의 오스테나이트 상분율이 가장 높았다.

EBSD 상분율 측정 결과를 통해 열처리 전, 후 모두 PBF 공정으로 제조한 17-4PH 스테인리스 강이 DED 공정으로 제조한 시편보다 오스테나이트 상분율이 높은 것을 확인하였다. 이러한 상분율의 차이는 DED와 PBF 공정 기반의 각각의 장비에서 사용하는 레이저빔 직경 차이에 의한 것으로 생각된다. Wu, W.의 연구 결과^[18]에서도 보고된 바와 같이, PBF의 작은 레이저빔 직경에 의해 형성된 미세한 입계가 마르텐사이트 변태점을 낮추어 오스테나이트 상의 분율이 증가된 것으로 사료된다. 또한 질소가 오스테나이트 상의 안정화 역할을 한다는 Cheruvathur, S.의 연구 결과^[19]와 마찬가지로 N_2 분위기에서 적층된 PBF 시편의 질소 농도가 높아 열처리 후에도 오스테나이트 상의 분율이 높은 것으로 판단된다.

그러나 마르텐사이트계 석출강화형 합금인 17-4PH 스테인리스 강의 강도는 오스테나이트 상분율 뿐만 아니라 조직과 관련된 여러 인자에 의해 결정되며, 그 중 석출상의 영향을 배제할 수 없다. 조직과 기계적 강도의 측면에서 DED 공정과 PBF 공정에 대한 보다 정확한 차이와 원인을 분석하기 위해서는 Cu-rich 석출상에 대한 크기, 정합성, 분포, 분율 등에 대한 추가 분석이 필요하다.

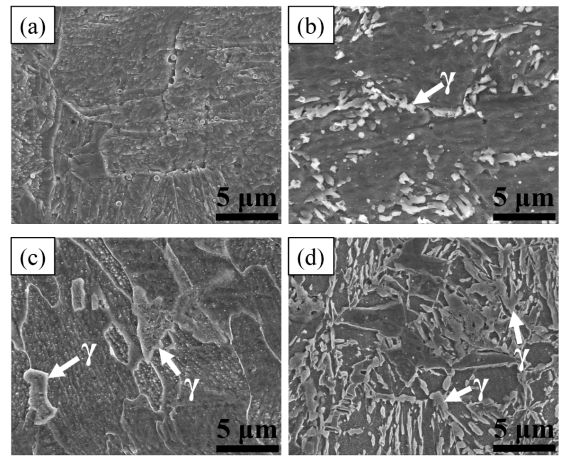


Fig. 3 Microstructures of the deposited 17-4PH SS by the DED process (a) before and (b) after heat treatment, and the deposited 17-4PH SS by the PBF process (c) before and (d) after heat treatment; The arrows denote Austenite (γ) phase

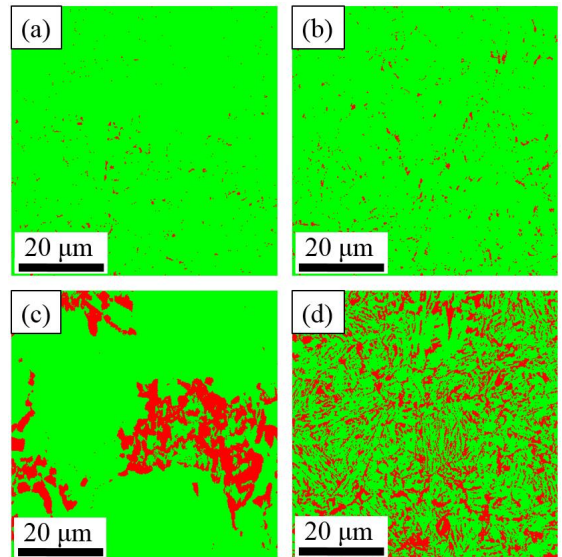


Fig. 4 EBSD maps of the deposited 17-4PH SS by the DED process (a) before and (b) after heat treatment, and the deposited 17-4PH SS by the PBF process (c) before and (d) after heat treatment

4. 결 론

본 연구에서는 PBF와 DED 공정으로 제조된 17-4PH 스테인리스 강의 열처리 여부에 따른 미세조직 및 기계적 특성을 평가하였고 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 인장시험 결과, 열처리 시 DED와 PBF 공정으로 제조된 17-4PH SS 시편 모두 강도가 증가하였으나, 열처리 전과 후 모두 DED 공정으로 제조된 시편이 PBF 공정으로 제조된 시편보다 더 높은 강도를 갖는다.
2. 미세조직 분석 결과, 열처리 여부에 관계없이 DED 공정보다 PBF 공정으로 제조된 시편의 오스테나이트 상분율이 더 높았다. 이는 PBF 공정의 장비에서 상대적으로 작은 직경의 레이저를 사용하는 것과 질소 분위기의 적층 조건에 기인된 것으로 판단된다.

향후 PBF와 DED 공정에 따른 물성 차이에 대한 보다 정확한 원인을 파악하기 위해 Cu-rich 석출상에 대한 추가적인 연구를 진행할 예정이다.

REFERENCES

1. Choi, J. W., Kim, H. C., "3D Printing Technologies - A Review", J. Korean Soc. Manuf. Process Eng., Vol. 14, No. 3, pp. 1-8, 2015.
2. Kim, W. S., Hong, M. P., Park, J. S., Lee, Y. S., Cha, K. J., Sung, J. H., Jung, M. H., Lee, Y. H., "Case Studies on Applications of Conformal Cooling Channel Based On DMT Technology", J. Korean Soc. Manuf. Process Eng., Vol. 14, No. 3, pp. 9-14, 2015.
3. Kim, C. Y., Espaline, D., Macdonald, E., Wicker, R. B., Kim, D. H., Sung, J. H., Lee, J. W., "A Study on Manufacturing System Integration with a 3D printer based on the Cloud Network", J. Korean Soc. Manuf. Process Eng., Vol. 14, No. 3, pp. 15-20, 2015.
4. Kang, M. C., Ye, D. H., Go, G. H.,

"International Development Trend and Technical Issues of Metal Additive Manufacturing", J. of Welding and Joining, Vol. 34, No. 4, pp. 9-16, 2016.

5. Mower, T. M., Long, M. J., "Mechanical behavior of additive manufactured, powder-bed laser-fused materials", Mat. Sci. Eng. A-Struct., Vol. 651, pp. 198-213, 2016.
6. Lin, X., Cao, Y., Wu, X., Yang, H., Chen, J., Huang, W., "Microstructure and mechanical properties of laser forming repaired 17-4PH stainless steel", Mat. Sci. Eng. A-Struct., Vol. 553, pp. 80-88, 2012.
7. Herzog, D., Seyda, V., Wycisk, E., Emmelmann, C., "Additive manufacturing of metals", Acta Mater., Vol. 117, pp. 371-392, 2016.
8. Milewski, J. O., Additive Manufacturing of Metals: From Fundamental Technology to Rocket Nozzles, Medical Implants, and Custom Jewelry, Springer series in materials science, 1st ed., pp. 131-155, 2017.
9. Rafi, H. K., Karthik, N. V., Gong, H., Starr, T. L., & Stucker, B. E., "Microstructures and mechanical properties of Ti6Al4V parts fabricated by selective laser melting and electron beam melting", J. Mater. Eng. Perform, Vol. 22, No. 12, pp. 3872-3883, 2013.
10. Hu, Z., Zhu, H., Zhang, H., Zhang, H., Zeng, X., "Experimental investigation on selective laser melting of 17-4PH stainless steel", Opt. Laser Technol., Vol. 87, pp. 17-25, 2017.
11. Park, J. S., Lee, M. G., Cho, Y. J., Sung, J. H., Jeong, M. S., Lee, S. K., and Kim, D. H., "Effect of heat treatment on the characteristics of tool steel deposited by the directed energy deposition process." Met. Mater. Int., Vol. 22, No. 1, pp. 143-147, 2016.
12. Murr, L. E., Martinez, E., Hernandez, J., Collins, S., Amato, K. N., Gaytan, S. M., Shindo, P. W., "Microstructures and properties of 17-4 PH stainless steel fabricated by selective

- laser melting”, *J. Mater. Res. Technol.*, Vol. 1, No.3, pp. 167-177, 2012.
13. Murayama, M., Hono, K., Katayama, Y., “Microstructural evolution in a 17-4 PH stainless steel after aging at 400 C”, *Metall. Mater. Trans. A*, Vol. 30, No. 2, pp. 345-353, 1999.
 14. Facchini, L., Vicente, N., Lonardelli, I., Magalini, E., Robotti, P., Molinari, A., “Metastable austenite in 17-4 precipitation-hardening stainless steel produced by selective laser melting”, *Adv. Eng. Mater.*, Vol. 12, No. 3, pp. 184-188, 2010.
 15. Hsiao, C. N., Chiou, C. S., Yang, J. R., “Aging reactions in a 17-4 PH stainless steel”, *Mater. Chem. Phys.*, Vol. 74, No. 2, pp. 134-142, 2002.
 16. Wu, J. H., Lin, C. K., “Influence of high temperature exposure on the mechanical behavior and microstructure of 17-4 PH stainless steel”, *J. Mater. Sci.*, Vol. 38, No. 5, pp. 965-971, 2003.
 17. LeBrun, T., Nakamoto, T., Horikawa, K., Kobayashi, H., “Effect of retained austenite on subsequent thermal processing and resultant mechanical properties of selective laser melted 17-4 PH stainless steel”, *Mater. Des.*, Vol. 81, pp. 44-53, 2015.
 18. Wu, W., Hwu, L. Y., Lin, D. Y., Lee, J. L., “The relationship between alloying elements and retained austenite in martensitic stainless steel welds”, *Scr. Mater.*, Vol. 42, No. 11, pp. 1071-1076, 2000.
 19. Cheruvathur, S., Lass, E. A., Campbell, C. E., “Additive manufacturing of 17-4 PH stainless steel: post-processing heat treatment to achieve uniform reproducible microstructure”, *JOM*, Vol. 68, No. 3, pp. 930-942, 2016.