

Effect of stress relief heat treatment on the residual stress and hardness of additively manufactured Ti-6Al-4V alloy

Yeonghwan Song[†]

Functional Materials and Components R&D Group, Korea Institute of Industrial Technology, Gangneung 25440, Korea

(Received December 6, 2023)

(Revised December 14, 2023)

(Accepted December 14, 2023)

Abstract The effect of stress relief heat treatment temperature and duration time on the microstructure, residual stress and Vickers hardness of additively manufactured Ti-6Al-4V alloy using laser powder bed fusion process was clarified. As a result of stress relief heat treatment for 240 minutes at 823 K and 60 minutes or more at 873 K, residual stress was decreased less than 30 MPa without grain growth and phase transformation which causes dimensional distortion and deterioration of mechanical properties. In addition, hardness was increased with increasing heat treatment temperature and duration time. It was deduced that the refinement of acicular martensitic α' phase due to the increasing duration time of isothermal heat treatment at 773~873 K, which was not detected by XRD and phase map analysis using SEM-EBSD, probably increases the hardness.

Key words Ti-6Al-4V alloy, 3D printing, Stress relief heat treatment, Residual stress, Hardness

응력제거 열처리 공정조건이 적층제조한 Ti-6Al-4V 합금의 잔류응력 및 경도에 미치는 영향

송영환[†]

한국생산기술연구원 강원본부 기능성소재부품연구그룹, 강릉, 25440

(2023년 12월 6일 접수)

(2023년 12월 14일 심사완료)

(2023년 12월 14일 게재확정)

요약 본 연구에서는 Laser Powder bed fusion(L-PBF) 공정을 사용하여 제작된 Ti-6Al-4V 합금 적층성형품의 응력제거 열처리 온도와 시간의 변화에 따른 미세조직, 잔류응력 그리고 경도의 변화를 연구하였다. 잔류응력 제거를 위한 열처리 시험 결과 823 K에서는 240분, 873 K에서는 60분 이상 열처리시 치수변화 및 기계적 특성 저하를 야기하는 결정립 성장 및 상변화 발생 없이 대부분의 잔류응력이 30 MPa 이하로 감소되는 것을 확인하였다. 또한, 열처리 온도 및 시간의 증가와 함께 경도가 증가하는 경향을 보였다. 이러한 결과는 XRD 및 SEM-EBS의 phase map 분석을 통해 확인되지 않지만, 773~873 K 온도범위에서 등은 열처리시 국부적인 침상 Martensitic α' 상의 미세화가 원인으로 추정된다.

1. 서론

금속 적층 성형 공정은 난가공성 소재를 기존 가공 공정대비 적은 비용과 시간, 높은 에너지효율로 적층 제조하여 복잡형상 부품을 만들 수 있는 획기적인 제조공정으로 근래의 다품종 소량생산 기조에 따라 많은 연구가 진행되고 있다. 그 중에서도 Laser powder bed fusion (L-PBF) 공정은 직경이 약 60~100 μm 인 laser beam으로 높은 형상정밀도를 가지는 복잡형상 부품의 제조가

가능하여 가장 촉망받는 제조공정이다[1-3]. 티타늄 합금 중에서도 Ti-6Al-4V 합금은 높은 강도와 낮은 비중, 우수한 생체적합성과 낮은 탄성계수 그리고 우수한 내식성을 기반으로 지난 수십년간 자동차, 항공 및 생체재료로서 활용되어 왔으나, 원자재 가격이 높고 가공이 어려운 문제점이 있기 때문에, 최근 응용분야 확대를 위한 원자재 손실이 비교적 적고 복잡형상 조형이 가능한 3D프린팅 기술을 활용한 Ti-6Al-4V 합금적용 기계부품 및 생체재료 개발에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다[4-7].

L-PBF 공정 중 금속 분말은 수백 kW의 레이저 에너지로 용융 시켜 용융풀의 폭과 깊이가 수백 μm 정도가 되도록 제어하여 정밀한 형상의 조형체를 제조할 수 있

[†]Corresponding author

E-mail: yhsong0105@kitech.re.kr

는 반면, 용융부를 중심으로 급격한 승온과 냉각이 반복되므로 완성된 조형체 내부에는 많은 양의 반복적인 열 변형 에너지에 의한 잔류응력이 발생하게 된다[8-10]. 또한 조형하고자 하는 부품의 치수와 체적, 그리고 공정조건에 따라 합금의 미세조직이 다르게 형성되므로 균일한 기계적 특성을 얻기 힘든 문제점이 있다[11]. L-PBF 공정 중 잔류응력 생성을 억제하기 위하여 Laser 이중조사나 분위기 온도를 높여 냉각속도를 낮추려는 연구결과도 발표되고 있으나[12-14], 근본적 문제 해결을 위해서는 적층성형 공정 후 열처리 공정 적용을 통한 잔류응력제거 및 미세조직을 제어 방안 확립이 필요하다.

본 연구에서는 응력제거 열처리 공정 조건 확립을 위하여 L-PBF 공정으로 Ti-6Al-4V 합금 적층 시험편을 제조하였으며, 열처리 온도와 시간에 따른 미세조직, 잔류응력 및 경도의 변화를 분석하여 최적 열처리 조건을 검토하였다.

2. 실험 방법

응력제거 열처리 공정 최적화 실험을 위한 3D프린팅 조형체 시편 제작을 위해 L-PBF 공정 장비(DMG MORI,

Table 1
Stress relief heat treatment test conditions

No.	Temperature (K)	Duration (minutes)
1	723	10, 60, 120, 240
2	773	10, 60, 120, 240
3	823	10, 60, 120, 240
4	873	10, 60, 120, 240

Lasertec30)를 사용하여 Laser power 및 Scan speed 변화시키면서 Ti-6Al-4V 합금을 고밀도 적층성형할 수 있는 공정조건을 검토하였으며, 시편크기는 10(W)×10(L)×10(H)mm³으로 동일하게 제작하였다. 제조된 샘플의 상대밀도는 조형체의 절단면을 경면연마 한 후, 자체 코딩한 영상분석 프로그램을 사용하여 분석하였다. 응력제거 열처리 최적화 실험을 위해 선정된 L-PBF 공정조건으로 외팔보 구조를 제작하였으며, 응력제거 열처리 시험 조건은 Table 1과 같이 723~873 K의 온도범위에서 50 K 간격으로 각각 10, 60, 120 및 240분 유지하였다. As-built 및 열처리가 완료된 외팔보 샘플은 변형량 비교를 위해 서포트 부분을 절단한 후 외팔보의 변형 정도를 버니어캘리퍼스로 측정했다. 각 조건에서 열처리한 샘플의 미세조직은 SEM-EBSD(FEI company, Quanta 250)로

Table 2
Relative density of L-PBFed Ti-6Al-4V alloys with different process parameters

No	Laser power (W)	Scanning speed (mm/s)	Hatching distance (mm)	Layer thickness (mm)	Laser energy density (J/mm ³)	Relative density (%)
1	250	900	0.11	30	84.2	99.81
2	250	1000	0.11	30	75.8	99.95
3	250	1100	0.11	30	68.9	99.99
4	250	1200	0.11	30	63.1	99.97
5	250	1300	0.11	30	58.3	99.87
6	265	900	0.11	30	89.2	99.81
7	265	1000	0.11	30	80.3	99.94
8	265	1100	0.11	30	73.0	99.98
9	265	1200	0.11	30	66.9	99.98
10	265	1300	0.11	30	61.8	99.80
11	280	900	0.11	30	94.3	99.78
12	280	1000	0.11	30	84.8	99.96
13	280	1100	0.11	30	77.1	99.98
14	280	1200	0.11	30	70.7	99.99
15	280	1300	0.11	30	65.3	99.83
16	295	900	0.11	30	99.3	99.69
17	295	1000	0.11	30	89.4	99.94
18	295	1100	0.11	30	81.3	99.95
19	295	1200	0.11	30	74.5	99.99
20	295	1300	0.11	30	68.8	99.97
21	310	900	0.11	30	104.4	99.73
22	310	1000	0.11	30	93.9	99.93
23	310	1100	0.11	30	85.4	99.97
24	310	1200	0.11	30	78.3	99.97
25	310	1300	0.11	30	72.3	99.98

분석했으며, 잔류응력은 XRD활용 비파괴 잔류응력측정기(Pulstec, u-X360s)를 사용해 측정했다. 또한, 마이크로 비커스 경도기를 사용하여 열처리 공정에 따른 경도 변화를 측정했다.

3. 결과 및 고찰

응력제거 열처리 실험 진행을 위한 Ti-6Al-4V 합금의 L-PBF 공정 조건을 결정하기 위하여 고밀도 적층성형이 가능한 Laser power 및 Scan speed 공정 범위 확인을 위한 연구를 진행하였다. 세부 공정조건은 Table 2와 같으며 공통조건으로 Layer thickness, Hatching distance 및 Rotation angle은 각각 0.05 mm, 0.1 mm 및 67°로 고정하였다. Key hole 및 Lack of fusion에 의한 기공 결함이 관찰되지 않은 Laser power 및 Scan speed 범위 내에서, 상대밀도를 기준으로 Laser power와 Scan speed의 변화에 따른 상대밀도 변화 민감도를 분석한 결과, Fig. 1과 같이 Scan speed가 1100~1200 mm/s인 공정조건에서 상대밀도가 99.97 % 이상인 고밀도 적층 성형 샘플을 안정적으로 제작할 수 있다는 것이 확인되었다. 공정 중 Laser power 및 Laser scan 경로에 의한 Scan speed 불안정성을 고려하여 응력제거 열처리 시험용 샘플제작을 위한 공정조건은 Laser power와 Scan speed가 각각 295 W 및 1200 mm/s인 조건으로 결정했다. 응력제거 열처리 시험용 공정조건으로 제작된 샘플은 Fig. 2와 같이 95 % 이상의 라멜라 구조를 가지는 침상 Martensitic α' 상과 국부적으로 잔존한 β 상으로 구성되어 있었다.

Figure 3(a)는 L-PBF 공정조건으로 제작한 As-built

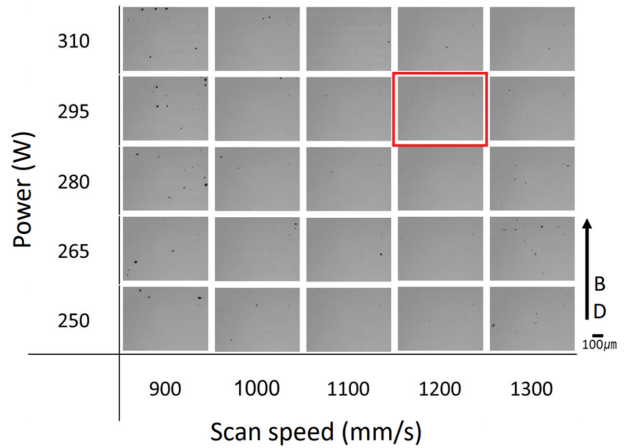


Fig. 1. Cross section images of L-PBFed Ti-6Al-4V alloy with different laser power and scanning speed.

Ti-6Al-4V 외팔보 샘플과 응력제거 열처리 온도 변화에 따른 변형량 비교를 위해 서포트 부위를 제거한 결과를 보여준다. Figure 3(b)의 변형량 측정결과와 같이 응력제거 열처리 온도가 723 K에서 873 K으로 증가함에 따라 변형량이 2.75 mm에서 0.25 mm 수준으로 감소되는 것이 확인되었다. 이때 모든 샘플의 열처리 유지시간은 각각 240분이었다.

Figure 4는 열처리 온도 증가에 따른 XRD 분석 결과를 나타낸다. 모든 열처리 조건에서 Martensitic α' 상의 분을 변화를 나타내는 Peak의 변화는 확인되지 않았으며, EBSD - phase map 상에서 확인되었던 β 상 peak이 특정되지 않았다.

열처리에 따른 상분율 변화와 함께 결정립의 조대화 또한 물성에 영향을 주는 인자이기 때문에, As-built 샘플 대비 열처리 후 샘플의 온도에 따른 미세조직 변화

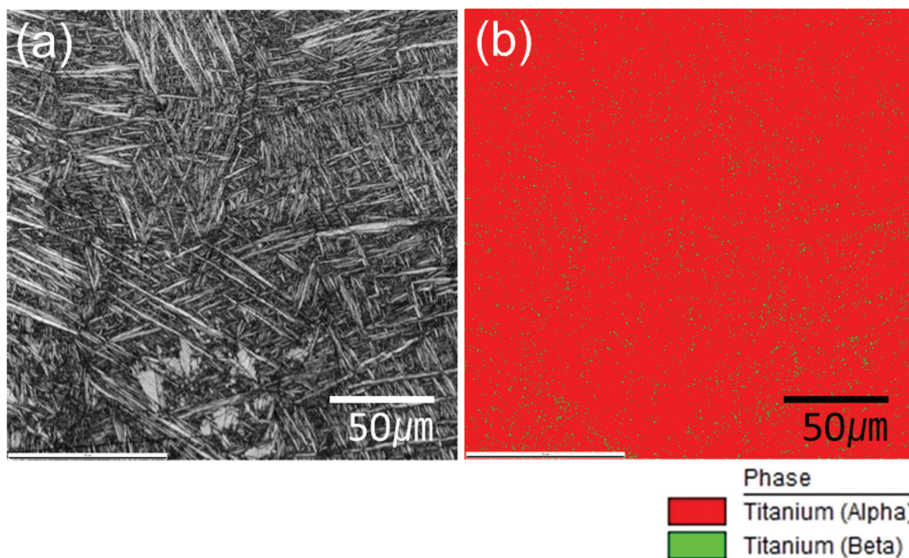


Fig. 2. (a) SEM images of microstructure of as-built Ti-6Al-4V alloy and matched (b) EBSD - phase map.

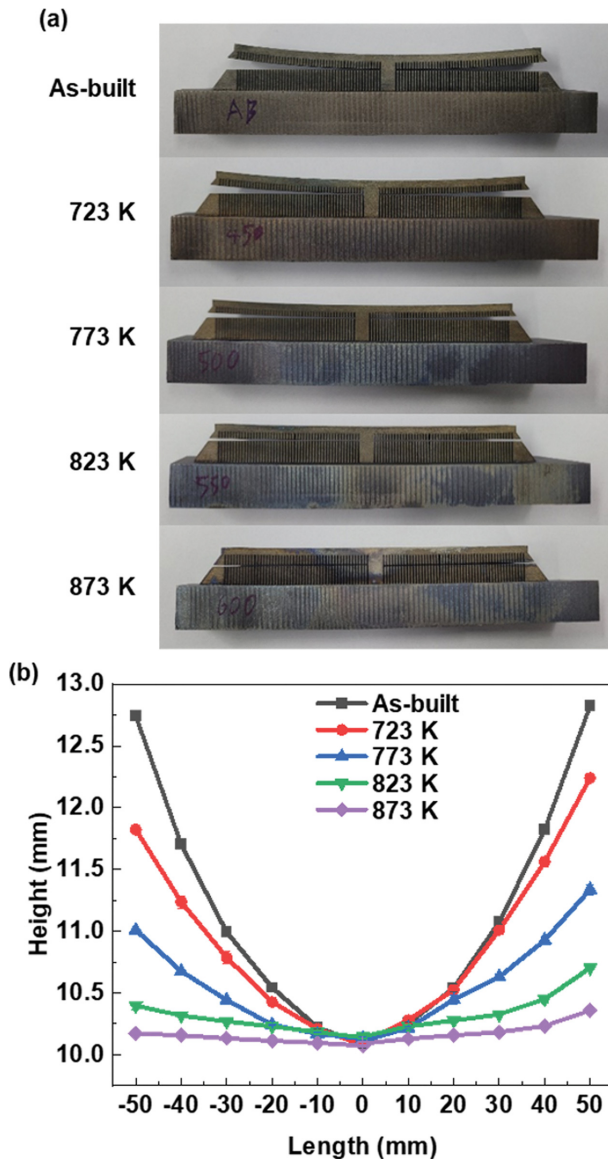


Fig. 3. Deformation of cantilever after 240 minutes of duration time at different heat treatment temperatures: (a) real specimen images, (b) measured data.

를 SEM 관찰하여 비교한 결과, Fig. 5에서 확인되는 것과 같이 723~873 K 범위의 온도조건에서는 침상 Martensitic α' 상의 조대화나 $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta$ 상변태가 관찰되지 않았다. EBSD 분석을 통한 미세조직 비교 결과를 Fig. 6에 나타냈다. 각 시험편의 KAM map을 비교결과(Fig. 6a~d) 823 K과 873 K에서 240분 유지한 샘플에서 잔류응력이 감소되는 경향이 관찰되었으나, Phase map 비교결과(f-i)로부터 알 수 있듯이 β 상의 체적분율은 증가하지 않았다.

Figure 7(a)는 응력제거 열처리 온도 및 시간의 증가에 따른 잔류응력 변화를 나타낸다. 723 K에서 823 K까지는 열처리 온도와 유지시간의 증가에 따라 잔류응력이 비교적 완만하게 감소하지만, 873 K에서는 유지시간이

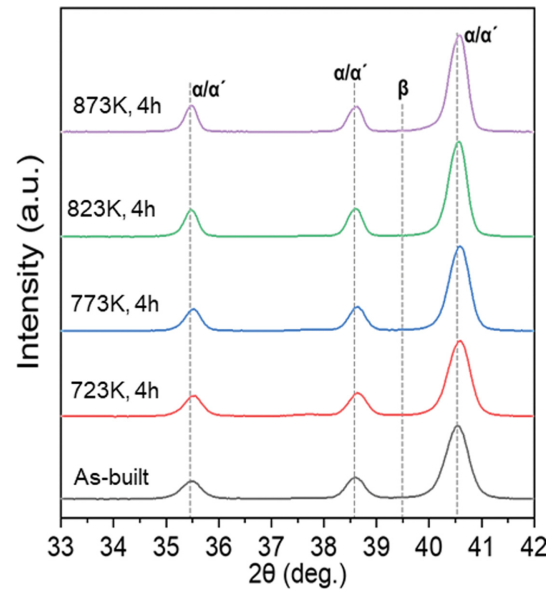


Fig. 4. XRD patterns of as-built and heat-treated specimens at different stress relief heat treatment conditions.

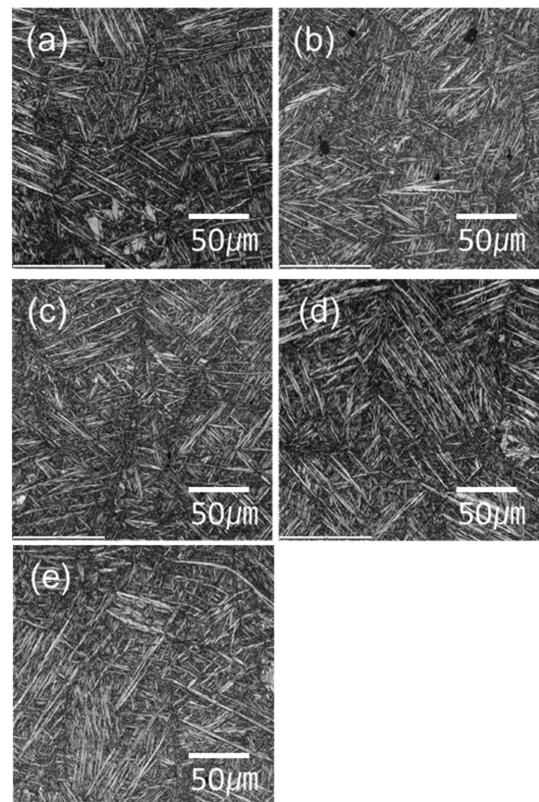


Fig. 5. SEM images of microstructures as-built and heat-treated specimens: (a) as-built, (b) 240 minutes at 723 K, (c) 240 minutes at 773 K, (d) 240 minutes at 823 K, (e) 240 minutes at 873 K.

60분 이상인 조건에서 약 30 MPa로 급격히 잔류응력이 감소함을 확인할 수 있었다.

응력제거 열처리 온도 및 시간의 증가에 따른 비커스

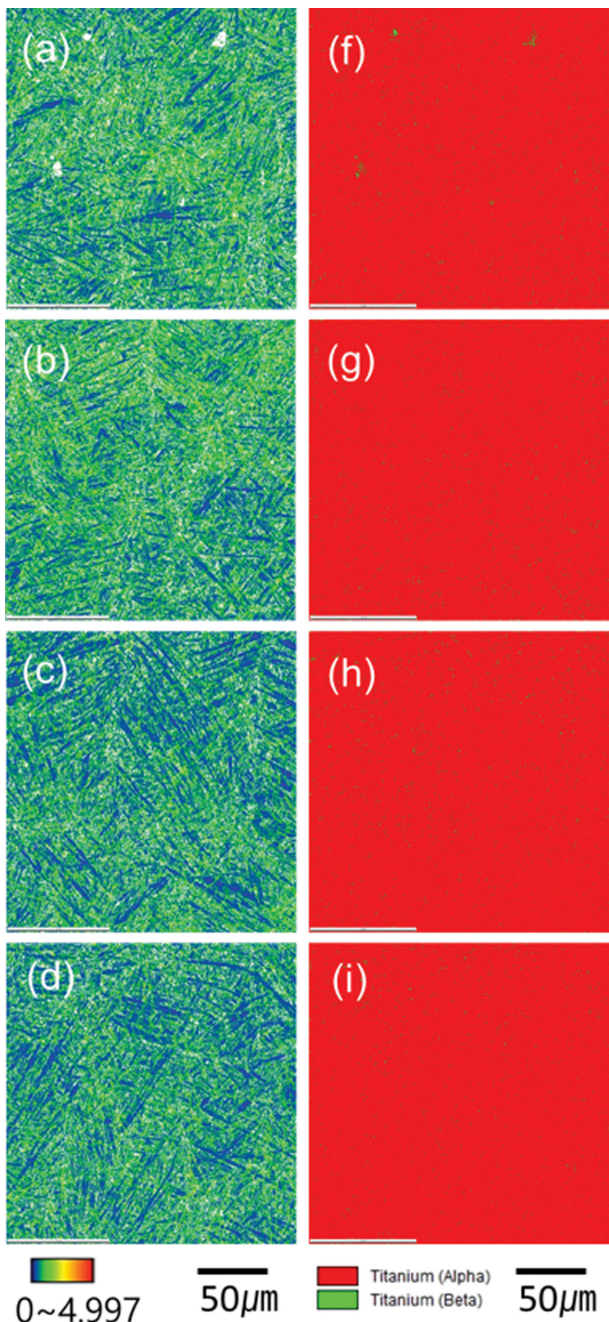


Fig. 6. EBSD - KAM images (a~d) and phase map images (f~i) of heat-treated specimens: (a and f) 240 minutes at 723 K, (b and g) 240 minutes at 773 K, (c and h) 240 minutes at 823 K, (e and i) 240 minutes at 873 K.

경도 변화 분석결과, 잔류응력 저하가 확인되었음에도 경도가 As-built 대비 약 70 Hv 증가하는 경향을 보였으며, 이는 XRD 및 EBSD 분석결과에서 결정립 크기, 상 변화 및 각 상들의 체적분율 변화가 관찰되지 않은 것과 상반되는 결과이다. 이러한 결과는 투과전자현미경을 활용하여 열처리 온도변화에 따른 미세조직 변화를 관찰한 기존 연구문헌을 검토한 결과, 평형상태도상 973 K 이상에서 시작되는 것으로 알려진 $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta$ 상변태의 전

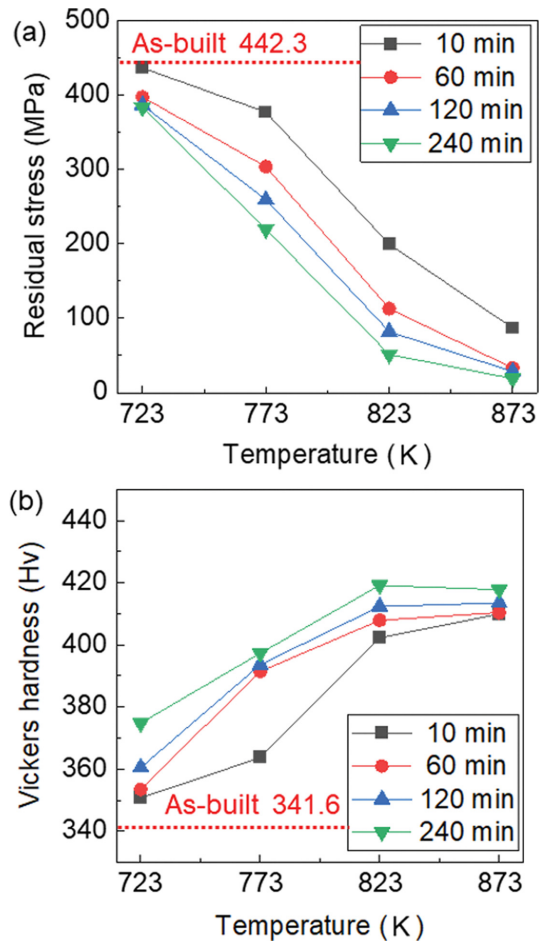


Fig. 7. Changes of (a) residual stress and (b) Vickers hardness of heat-treated specimens as a function of temperature and duration time.

조 현상으로서 773~873 K에서 등온 열처리할 경우 시간의 증가에 따라 α' 상의 격자상수 감소가 점진적으로 진행되며, 동시에 극미량이지만 침상의 Martensitic α' 상이 미세화 되기 때문에 결정립 미세화 효과로 인해 경도가 증가하는 것으로 확인되었다[15].

4. 결 론

응력제거 열처리 온도와 유지시간에 따른 L-PBF 공정으로 제조된 Ti-6Al-4V 합금 3D 프린팅 조형체의 미세조직, 잔류응력 및 경도 변화를 분석한 결과, 823 K에서 240분 유지한 조건과 873 K에서 60~240분 유지한 응력제거 열처리 조건에서 미세조직의 변화 없이 잔류응력이 30 MPa 이하로 감소하는 것이 확인되었다. 한편, 열처리 온도와 시간의 증가에 따라 As-built 시험편 대비 경도가 약 20% 증가하는 경향을 보였다. 이러한 결과는 XRD 및 EBSD를 활용한 본 연구에서의 미세조직 분석결과로

는 확인되지 않았으나, TEM 분석을 실시한 기존 연구 결과로부터 침상 Martensitic α' 결정립의 미세화 현상에 기인하는 것으로 추정된다.

감사의 글

본 연구는 한국생산기술연구원의 기업수요기반생산기술실용화사업(JA-23-0014)의 지원으로 수행되었습니다.

References

- [1] T.M. Pollock, A.J. Clarke and S.S. Babu, "Design and tailoring of alloys for additive manufacturing", *Metall. Mater. Trans. A* 51 (2020) 6000.
- [2] J.J. Beaman, D.L. Bourell, C.C. Seepersad and D. Kovar, "Additive manufacturing review: Early past to current practice", *J. Manuf. Sci. Eng.* 142 (2020) 110812.
- [3] J.P. Oliveira, A.D. LaLonde and J. Ma, "Processing parameters in laser powder bed fusion metal additive manufacturing", *Mater. Des.* 193 (2020) 108762.
- [4] L.E. Murr, S.A. Quinones, S.M. Gaytan, M.I. Lopez, A. Rodela, E.Y. Martinez, D.H. Hernandez, E. Martinez, F. Medina and R.B. Wicker, "Microstructure and mechanical behavior of Ti-6Al-4V produced by rapid-layer manufacturing for biomedical applications", *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 2 (2009) 20.
- [5] Y. Li, C. Yang, H. Zhao, S. Qu, X. Li and Y. Li, "New developments of Ti-based alloys for biomedical applications", *Materials (Basel)* 7 (2014) 1709.
- [6] M.J. Donachie, "Titanium: A technical guide", 2nd ed., (ASM International, 2000).
- [7] T. Nagase, T. Hori, M. Todai, S.H. Sung and T. Nakano, "Additive manufacturing of dense components in beta-titanium alloys with crystallographic texture from a mixture of pure metallic element powders", *Mater. Des.* 173 (2019) 107771.
- [8] Z.C. Fang, Z.L. Wu, C.G. Huang and C.W. Wu, "Review on residual stress in selective laser melting additive manufacturing of alloy parts", *Opt. Laser Technol.* 129 (2020) 106283.
- [9] M. Megahed, H.W. Mindt, N. N'Dri, H. Duan and O. Desmaison, "Metal additive-manufacturing process and residual stress modeling", *Integr. Mater. Manuf. Innov.* 5 (2016) 61.
- [10] S.G. Chen, H.J. Gao, Y.D. Zhang, Q. Wu, Z.H. Gao and X. Zhou, "Review on residual stresses in metal additive manufacturing: formation mechanisms, parameter dependencies, prediction and control approaches", *J. Mater. Res. Technol.* 17 (2022) 2950.
- [11] S.Q. Wu, Y.J. Lu, Y.L. Ga, T.T. Huang, C.Q. Zhao, J.J. Lin, S. Guo and J.X. Lin, "Microstructural evolution and microhardness of a selective-laser-melted Ti-6Al-4V alloy after post heat treatment", *J. Alloys Compd.* 672 (2016) 643.
- [12] G.B. Bang, J.H. Park, W.R. Kim, S.K. Hyun, H.K. Park, T.W. Lee and H.G. Kim, "Study on the effect of pre-heating temperature of SLM process on characteristics of CoCrMo alloy", *Mater. Sci. Eng. A* 841 (2022) 143020.
- [13] J.H. Park, G.B. Bang, K.A. Lee, Y. Son, W.R. Kim and H.G. Kim, "Effect on microstructural and mechanical properties of Inconel 718 superalloy fabricated by selective laser melting with rescanning by low energy density", *J. Mater. Res. Technol.* 10 (2021) 785.
- [14] Y. Liu, J. Shi and Y. Wang, "Evolution, control, and mitigation of residual stresses in additively manufactured metallic materials: A review", *Adv. Eng. Mater.* 25 (2023) 2300489.
- [15] Z. Xiao, C. Chen, H. Zhu, Z. Hu, B. Nagarajan, L. Guo and X. Zeng, "Study of residual stress in selective laser melting of Ti6Al4V", *Mater. Des.* 193 (2020) 108846.