

Ti-6Al-4V 합금의 ECAP 가공시 미세 조직의 변화 연구

고영건* · 정원식** · 신동혁** · 이종수*

Microstructural Evolution during the Equal Channel Angular Pressing of Ti-6Al-4V Alloy

Y.G. Ko, W.S. Jeong, D.H. Shin, and C.S. Lee

Abstract

The effects of pressing temperatures on the formability and the microstructural evolution during equal channel angular pressing (ECAP) of lamellar Ti-6Al-4V alloy were investigated in this study. ECAP above isothermally 600°C was successful without producing any noticeable segments at the specimen surfaces after a single pass of pressing. After 4 passes of ECA pressing, lamellar microstructures were significantly refined revealing equiaxed grains of 0.3 μ m in diameter consisting of high angle grain boundaries. Also these ultrafine grains were relatively stable with little grain growth when annealed up to 600°C for 1hour.

Key Words : Equal Channel Angular Pressing, Lamellar Microstructure, Ti-6Al-4V, High Angle Grain Boundary

1. 서론

최근 강소성 가공 방법(Severe Plastic Deformation)을 이용하여 결정립의 크기가 1 μ m이하인 초미세립 구조재료에 대한 연구가 활발하게 이루어지고 있다. 이는 결정립의 크기가 작아지면 강도, 인성 그리고 초소성 등의 향상된 기계적 물성을 얻을 수 있기 때문이다. 이러한 강소성 가공 방법중의 하나인 ECAP(Equal Channel Angular Pressing)방법¹⁾은 재료 내부에 기공없이 bulk재의 초미세 결정립을 얻는데 매우 유용하다. 이러한 ECAP에 대한 연구는 단상합금에 치중되어 있는 반면, Ti 합금과 같이 2상으로 이루어진 재료에 대한 연구가

부족한 실정이다. 최근 Semiatin²⁾등은 Ti-6Al-4V 합금에 대하여 시편과 금형의 온도를 달리한 non-isothermal 조건을 이용하여 ECAP가공을 실행하였으나 표면에 심한 균열(segments)이 발생하였으며 미세조직의 변화에 대한 설명이 부족하였다. 따라서 본 연구에서는 항공기 구조용 소재로서 가장 많이 사용되는 이상합금인 이상구조를 갖는 Ti-6Al-4V 합금에 대해서 isothermal 조건을 이용하여 ECAP 강가공을 실행하였으며, 균일한 변형을 일으키는 가공 조건을 결정하고자 하였다.

또한 Ti-6Al-4V합금의 대표적인 조직인 층상조직으로부터 ECAP가공시 미세 조직의 변화와 열적 안정성을 연구하고자 하였다.

* 신소재공학과, 포항공과대학교

** 금속재료공학과, 한양대학교

2. 실험 방법

본 연구에 사용된 재료는 Ti-6Al-4V 합금으로서 시편의 화학적 조성은 표 1에 나타내었다. As-received 조직은 Fig. 1(a)과 같이 이중 조직(bimodal microstructure)의 형태를 나타내고 있었으며 β 변태점 이상의 온도인 1050°C에서 1시간 유지한 후 노냉을 통하여 colony 크기가 310 μ m이며 층간격이 4 μ m인 층상조직(Fig. 1(b))을 제어하였다. 이를 지름 9.5mm, 길이 80mm의 봉상으로 가공하여 500°C, 600°C, 700°C에서 각각 10분간 예열 후 등온(isothermal)상태에서 ECAP가공을 실행하였다. 금형은 1회 가공을 통하여 약 1의 변형량을⁽³⁾ 갖도록 두 채널의 교차각을 내각(ϕ)과 외각(ψ)을 각각 90° 및 40°로 설계하였다. 가공은 짝수 가공마다 등축의 결정립을 얻을 수 있는 route C방법으로 4회 실행하였다. 이러한 금형을 이용하여 pressing 속도를 2mm/s로 하였으며 가공 중 시편과 금형의 마찰력을 줄이기 위해서 윤활제로써 graphite를 사용하였다.

4번의 ECAP가공 후 초미세 결정립으로 제어된 Ti-6Al-4V 합금의 열적 안정성(thermal stability)을 평가하기 위해 550°C, 600°C, 650°C 그리고 650°C에서 각각 1시간동안 annealing 하였다.

ECAP가공에 의한 미세 조직의 변화를 관찰하기 위해서 광학 및 투과전자 현미경을 이용하였다.

Table 1 Chemical composition of Ti-6Al-4V alloy(wt. %)

Al	V	Fe	O	C	N	Y	others	Ti
6.03	3.83	0.2	0.19	0.01	0.007	0.0005	<0.02	Bal.

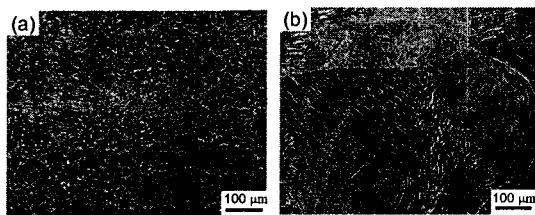


Fig. 1 Optical micrographs of Ti-6Al-4V alloy (a) as-received, (b) Widmanstätten microstructure.

3. 실험 결과 및 고찰

3.1 온도에 따른 최적의 가공조건

Semiatin⁽²⁾ 등은 Ti-6Al-4V 합금에 대하여 시편과 금형의 온도를 달리한 non-isothermal 조건에서 ECAP가

공을 실행한 바 있으나 표면에 심한 균열(segments)이 발생하였음을 보고하였다.

따라서 본 연구에서는 500°C, 600°C 그리고 700°C 세 조건에서 ECAP가공을 실행하였는데 재료의 표면이 가공 후에 큰 segments 없이 균일하게 변형되었는지를 조사하였다. 즉 ECAP가공을 받은 재료의 표면 형태는 비교적 균일해야 할 것이다. 또한 시편 전체가 균일한 전단변형을 받아야 할 것이다. 길이방향으로 옆면을 관찰하였을 때 균일하게 전단변형이 일어난 경우, 시편 전 영역에서 전단방향과 비슷한 방향으로 변형된다.

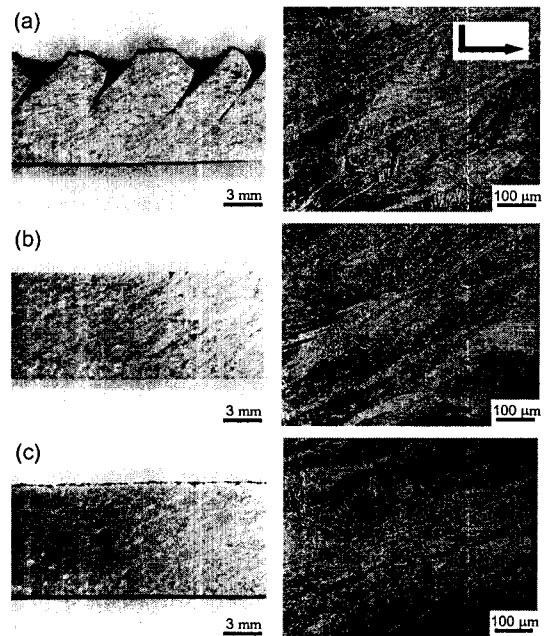


Fig. 2 Macrographs and optical micrographs of Widmanstätten microstructure after a single pass of ECA pressing at isothermal temperature of; (a) 500°C, (b) 600°C, and (c) 700°C. The arrow indicates pressing direction.

위의 세 조건에서 각 1회 실험한 결과 Fig. 2와 같은 결과를 얻게 되었다. 500°C의 경우(Fig. 2(a)) 표면에 매우 깊은 segments가 발생한 반면 600°C 이상의 경우(Fig. 2(b), (c))에서는 비슷한 수준의 얇은 segments가 발생하였음을 알 수 있다. 500°C의 경우 표면에 발생한 깊은 segments 때문에 전단변형이 시편의 전 영역에서 있어서 비교적 균일하지 않은데 비해 600°C 이상의 경우에는 colony와 lamellar는 전단방향과 비슷한 25° 정도로 배열되어 거의 균일하게 변형되었음을 확인할 수 있었다. 따라서 600°C 이상의 경우에는 비교적 평활한 표면과 균일한 전단변형이 나타났다.

3.2 Microstructural evolution

다음의 투과전자현미경 이미지는 전단변형에 의한 미세조직의 변화가 뚜렷하게 나타나는 가공된 시편에 대해 금형 출구의 측면에 평행한 면을 관찰한 명시야상(bright field)사진이다.

3.2.1 α 상의 변화

1번의 ECAP가공 이후(Fig. 3(b)) 전단방향과 비슷한 방향인 25° 정도로 subgrain bands가 형성되었는데 이들의 평균 크기는 폭 0.2 μm 로 미세하게 형성되어 있었다. Fig. 3(b)의 회절패턴(diffraction pattern)에서 회절점(diffraction spot)들이 비교적 뚜렷하게 정렬되어 있는 것으로 보아 subgrain bands의 입계는 저경각 상태로 이루어졌다.

2번의 가공이후(Fig. 3(c)) 1 pass에서 생성된 subgrain bands가 많이 소멸되어 이때의 결정립은 0.4 μm 정도의 등축이었다. 이는 시편을 180° 회전할 때 기존의 결정립이 짝수 번째 가공시 동일한 면의 반대방향으로 작용하는 전단변형 때문에 등축의 결정립이 형성하게 된다.⁽⁴⁾ 이때의 회절패턴은 회절점들이 분산된(diffused) 회절환(ring pattern)을 형성하고 있다. 따라서 2번의 가공이후 고경각을 갖는 등축의 결정립이 형성하였음을 알 수 있다.

4 passes (Fig. 3(d)) 경우 결정립은 등축의 형태로 2번 가공 받은 경우보다 조금 미세화된 0.3 μm 였으며, 회절패턴을 살펴볼 때 2번의 가공을 받은 경우보다 고경각으로 존재하였다. 이는 ~3이상의 많은 변형을 재료에 부과하게 되면 미세구조의 변화는 결정립 미세화보다는 고경각 결정립계의 증가로 나타나기 때문이다. 또한 4번의 가공을 거친 미세구조는 다음과 같은 4가지 특징 나타났다.

- (a) 입내안에 높은 밀도의 전위밀도를 보였다.
- (b) 입내 안에 전위 debris가 보였다.
- (c) 명시야상 이미지로 볼 때 결정립계는 잘 구분되지 않은 상태였다.
- (d) 광범위한 extinction contour가 결정립계를 따라 나타났다.

이러한 점으로 보아 4번의 강가공을 거친 조직은 높은 응력 상태를 지닌 비평형 상태(non-equilibrium state)임을 알 수 있다. 4번의 가공 이후 발견되는 전위 debris를 통해서 고경각 결정립을 형성에 입내의 전위소멸이 있었음을 알 수 있었다.

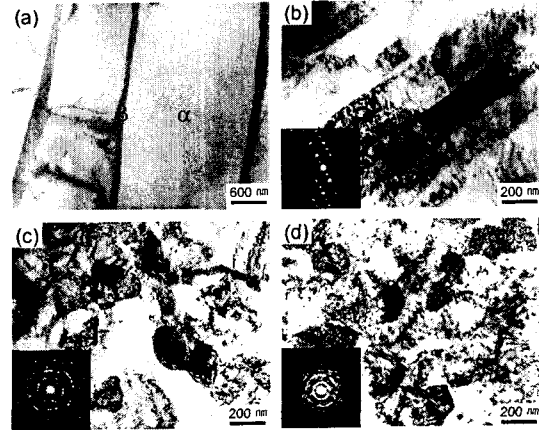


Fig. 3 TEM micrographs of α phase in ECA pressed Widmanstätten microstructure taken from the Y plane ; (a) as-received, (b) 1 pass, (c) 2 passes, and (d) 4 passes.

Fig. 5는 층상조직에서 강소성 가공에 따른 β 상의 변화를 보여주고 있다. β 상은 bcc구조로서 저온에서는 지배적인 슬립계가 존재하지 않는 경질 상으로 α 상에 비해 연성이 떨어진다.⁽⁵⁾ 따라서 90%의 상분율을 차지하면서 저온에서 연한 상인 α 상이 대부분의 변형을 수용하지만 β 상은 많은 변형을 수용하기엔 경하며 또한 α 상의 변형에 의해 생성된 전위가 α/β 상 계면에 집적되어 응력이 가해졌기 때문에 분절된 형태로 관찰되었다. 이러한 결과는 0.15% C steel에서 cementite의 변형과 유사하다.⁽⁶⁾ 결국 초기 조직상태에서 비교적 연속적인 기지인 β 상은 4번의 가공이후에도 분절되어 나타났으며 α 상과 달리 슬립(slip)과 같은 특별한 변형수용기구의 형성 없이 입내에 높은 전위밀도가 나타났다. 한편 β 상 역시 4번의 가공이후 α 상처럼 고경각 결정립계를 형성하였다.

이상의 route C를 이용한 ECAP 가공을 통해 층상조직의 변화를 살펴보았다. 두 개의 미세 조직은 α 상을 기준으로 살펴보았을 때 거의 비슷한 형태의 결정립 미세화가 일어났다. 두 조직 모두 4번의 가공을 통해 α 결정립을 0.3 μm 정도로 미세화시킬 수 있었으며, 2회 이상 가공횟수가 증가함에 따라 결정립계는 저경각에서 고경각으로 변화되었다. β 상 역시 α 상처럼 4번의 가공 이후 0.4 μm 로 분절된(fragmented) 형태의 미세화가 일어났고 입계 역시 고경각으로 존재하였다.

그러나 현재 ECAP가공에 따른 슬립과 쌍정(twin)의 특성에 대한 만족할만한 연구가 부족한 실정이다. 슬립과 쌍정의 측면에서 α 상과 β 상의 미세 구조변화에 따

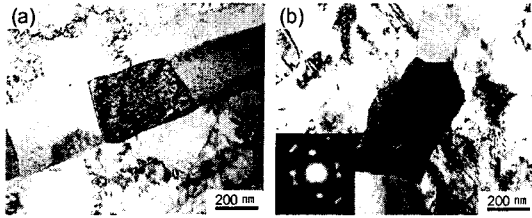


Fig. 4 TEM micrographs of β phase in ECA pressed Widmanstätten microstructure taken from the Y plane ; (a) 1 pass, (b) 4 passes.

큰 기구규명이 필요할 것이다.

3.3 Thermal stability

본 실험에서는 4번 가공한 Ti-6Al-4V합금을 550°C, 600°C, 650°C 그리고 700°C 각각 1시간동안 어닐링 후 투과전자현미경 관찰을 통해서 열적 안정성을 평가하였다. 열적으로 안정한 온도를 찾기 위해 90% 분율을 차지하는 α 상을 기준으로 살펴보았다.

4번의 ECAP 가공을 받은 층상 조직은(Fig. 5) 600°C에서 1시간까지 열적으로 안정하였다. Mishra⁽⁷⁾등은 TS-SePD(torsional strain severe plastic deformation)를 이용해서 수십 nm로 제어한 Ti-6Al-4V합금을 625°C, 675°C에서 2분의 열처리를 통하여 작은 정도로 결정립이 성장하였다고 보고하였는데 본 실험결과와 비슷하였다.

Fig. 5(a)는 as-pressed 조직이며 550°C에서 1시간 어닐링한 결과(Fig. 5(b))로 높은 전위밀도와 비평형 상태를 나타내는 불분명한 결정립계를 나타냈다. 600°C온도에서 열처리한(Fig. 5(c))경우는 비평형 상태였지만 부분적으로 전위밀도가 감소되고 선명한 입계를 가지는 결정립이 나타났다. 한편 650°C(Fig. 5(d))에서는 0.7 μ m이상 되는 일부 재결정된 결정립들이 형성되었다. 그러나 여전히 재결정되지 않은 결정립들이 존재하였으며 그들 입내에는 여전히 높은 밀도의 전위가 존재하였다. 700°C(Fig. 5(e))에서는 대부분의 결정들이 재결정되었고 1 μ m이상 성장하였다. 전위밀도가 감소되고 결정립계가 분명하였다.

4. 결론

(1) Ti-6Al-4V 합금의 층상조직에 대해 등온조건으로 ECAP를 실행한 결과 600°C이상에서 비교적 균일한 표면을 갖는 시편을 제조하였다.

(2) 4번의 ECAP 가공 이후 α 상과 β 상은 초미세립으로 제어되었으며 입계는 고경각 결정립계를 형성하였다.

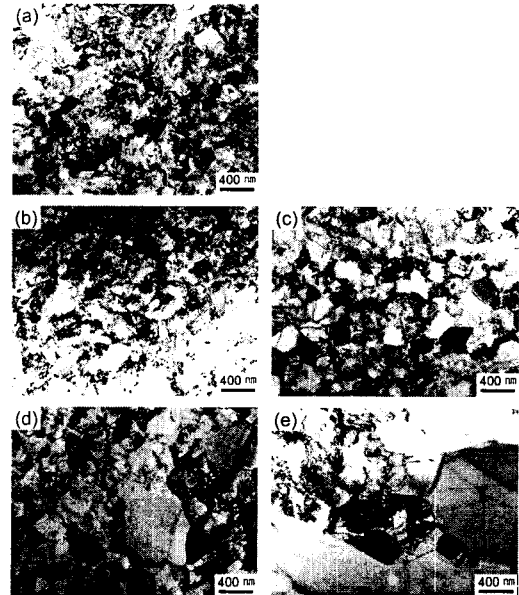


Fig. 5 TEM micrographs of α phase after four passes of ECA pressed Widmanstätten microstructure ; (a) as-received, annealed at (b) 550°C, (c) 600°C, (d) 650°C, and (e) 700°C.

(3) 4번 ECAP 가공한 시편은 600°C에서 1시간동안 어닐링한 경우 열적으로 안정하였으나 그 이상의 온도에서는 국부적으로 일부 결정립이 크게 성장하였다.

참고 문헌

- (1) V. M. Segal, V. I. Reznikov, A. E. Drobyshvskiy and V. I. Kopylov, Russian Metall., Vol. 1, (1981) p. 99.
- (2) S. L. Semiatin and D. P. DeLo, Metall. Mater. Trans., 30A, (1999) p. 2473.
- (3) Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Furukawa and T.G. Langdon, Scripta Mater., Vol. 35,(1996) p.143.
- (4) V. M. Segal, Mater. Sci. Eng., A197, (1995) p. 157.
- (5) P. G. Partidge, "The Crystallography and Deformation Mode of HCP Metals", Met. Rev., Vol. 118, (1968) p. 169.
- (6) D. H. Shin, B. C. Kim, Y. S. Kim and K. T. Park, Acta mater., 48, (2000) p. 2247.
- (7) R. S. Mishra, V. V. Stolyarov, C. Echer, R. Z. Valiev and A. K. Mukherjee, Mater. Sci. Eng., A298, (2001) p. 44.