

# 초미세립 순-타이타늄의 미세조직과 인장물성

고영건<sup>1</sup>, 안정용<sup>2</sup>, 신동혁<sup>2</sup>, 이종수<sup>1\*</sup>

## Microstructure and Tensile Properties of Ultrafine Grain Pure-Titanium

Y. G. Ko, J. Y. Ahn, D. H. Shin, C. S. Lee

### Abstract

A study was made to investigate microstructural evolution and mechanical properties of ultra-fine grained (UFG) pure-Ti produced by equal channel angular (ECA) pressings. The deformed structures were analyzed by finite element method and transmission electron microscopy with the increment of straining. After 4 isothermal ECA pressings, initial coarse grains (30  $\mu\text{m}$ ) were significantly refined to  $\sim 0.3 \mu\text{m}$  with homogeneous distribution of microstructure which was resulted from 180° rotation of the sample between pressings. UFG pure-Ti exhibited the considerable improvement in yield strength while losing strain hardening capacity as compared to coarse grained microstructure at ambient temperature, which was mainly attributed to ultra-fine grain microstructure with non-equilibrium grain boundaries.

**Key Words** : Pure-Titanium, Ultrafine Grain, Dislocation Bowing, Strain Hardening, Dynamic Recovery

### 1. 서론

다결정 재료의 강화기구 중 결정립 미세화는 상온에서 연성의 큰 감소 없이 강도를 향상시킬 수 있는 최적의 방법으로 알려져 있으며 특히 1  $\mu\text{m}$  이하의 초미세 결정립 소재는 상온 강도를 포함한 우수한 기계적 물성을 갖는다[1]. 최근 도입된 강소성 가공기술은 전단 변형을 통하여 극심한 소성변형을 부여할 수 있기 때문에, 합금원소의 첨가 없이 결정립을 효과적으로 미세화할 수 있다. 그러나, 상용 소재로서 광범위하게 사용되기 위해서는 가공 후 소재는 균일한 미세조직을 가져야 한다. 그러나 ECAP 과정을 모사한 기존의 실험결과에 의하면[2], 시편 전반에 걸쳐 변형 이력이 국부적으로 상이하기 때문에 제조된 미세조직의 분포가 매우 불균일하였다. 이와 더불어 강소성 가공에 의해 제조된 초미세립 재료는 강도

의 증가에도 불구하고 여러 연구를 통하여 본질적인 단점을 갖고 있음이 밝혀졌다. 즉, 가공성 및 내구성에 연관된 가공 경화능이 급격히 감소한다는 점이다. 이러한 경향은 초미세립 소재에서 이미 보고된 바 있는데, 초미세립 재료의 경우 결정립 크기가 전위의 평균 자유거리와 유사함으로써, 전위의 생성과 결정립계에서 소멸되는 속도가 서로 균형을 이루는 동적 회복(dynamic recovery)이 활발히 발생하기 때문에 낮은 가공 경화 거동을 나타내는 것으로 알려져 있다[3].

따라서 본 연구에서는 유한요소에 의한 해석을 통하여 초미세립 순-Ti 에 대한 전반적인 소성변형거동에 대해서 살펴보고자 하였다.

### 2. 실험 결과

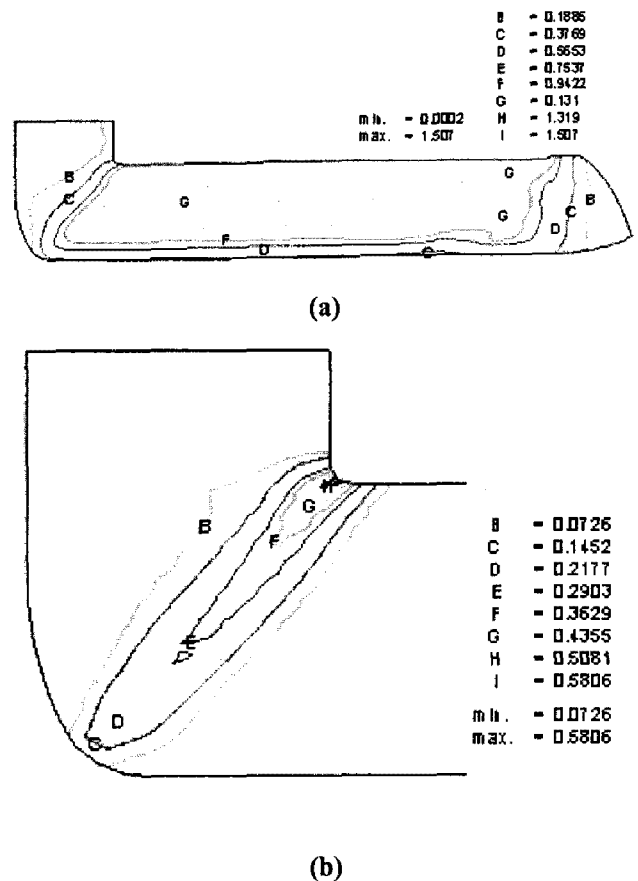
#### 2.1 유한요소 해석

1. 포항공과대학교, 신소재공학과  
2. 한양대학교, 금속재료공학과  
\* 교신저자: 이종수, E-mail: cslee@postech.ac.kr

유한요소 해석을 위해 순-Ti 을 다양한 실험조건에서 고온 압축실험을 실행하였다. 그림 1 은 압축 실험 결과를 사용한 1 회 ECAP 가공된 시편의 무마찰 및 마찰 조건에 대한 유효 변형량 해석결과이다. 이때 강소성 가공에 의한 변형거동을 살펴보기 위해 전단변형 특성이 가장 뚜렷하게 나타나는 길이방향의 옆면을 관찰하였다. 먼저 유효 변형량은 시편의 폭방향에 대해서 크게 두 영역으로 구별되는데, 재료의 상단부를 포함한 강한 전단변형대(strong shearing zone)와 재료 하단부에 5% 정도로 전단 변형이 약하게 발생한 약한 전단 변형대(weak shearing zone)로 나누어진다. 이러한 분포는 시편과 금형 외측부 사이에서 발생하는 마찰효과 혹은 시편의 폭 방향으로 발생하는 재료유동이 다르기 때문에 발생할 것으로 알려져 있는데[2], 본 연구에서는 마찰상수가 0 인 경우에서도(그림 1(a)) 시편의 하단에 약한 전단변형대가 발생하였다. 이로써 불균일한 분포는 마찰에 의한 효과가 아님을 확인할 수 있다. 그림 1 에서 부채꼴로 표현된 주 변형구간(ABC)에서 두 각도 관계에 의해 전단변형이 발생한다. 다시 말해 ram 속도가 일정하기 때문에 시편의 내측부와 외측부의 각속도는 동일하지만, 그림 1(b)와 같이 주 변형구간을 통과하는 거리가 서로 다르기 때문에 시편 전반에 걸쳐 전단변형이 발생한다. 이로써 불균일한 유효 변형량의 분포는 ECAP 가공 시 나타나는 상이한 재료유동에 기인한 전단변형 특성 때문이다.

## 2.2 변형 미세조직

그림 2 은 4 회 및 8 회 ECAP 가공한 초미세 결정립 순-Ti 에 대한 투과 전자현미경의 명시야상이다. 여러 연구에서 보고된 바와 같이[1-3], 4 회 ECAP 가공된 미세조직(그림 2(a))은 등축의  $\sim 0.3 \mu\text{m}$  결정립, 극심한 변형으로 인한 높은 전위밀도 및 불분명한 결정립계 특성을 나타내고 있으며, 이는 높은 내부응력상태를 지닌 비평형 상태를 의미한다. 이때의 회절패턴은 회절점들이 분산된 회절환을 형성하고 있는데 이로부터 4 회 가공이후 결정립계는 고정각을 형성하고 있음을 알 수 있다. 이때 관찰된 전위 밀도는  $\sim 10^{15}/\text{m}^2$  로 기존의 TEM 을 통한 실험결과와 잘 일치하고 있다. 그러나 그림 2(b)와 같이 8 회 가공한 경우 결정립은 더 이상 미세화 되지 않았으나 4 회 가공된 경우보다 비교적



**Fig. 1** Distribution of (a) the effective strain and (b) the effective strain rate during ECA pressing without friction condition resulting in inhomogeneous deformation flow.

분명한 결정립계와 약간의 결정립 성장이 관찰되었다. 이러한 결과는 다양한 연구에서 보고된 결정립 미세화 과정으로 설명할 수 있다. 현재까지 강소성 가공을 통한 결정립 미세화 거동은 재료의 적층결함 에너지(stacking fault energy) 값에 따라 상이하다고 알려져 있으나[4], 전위론적인 관점에서 그 미세화 기구에 대해 공통적으로 설명하고 있다. 초반 강소성 가공 시 등축의 전위 셀 (혹은 아결정립) 구조가 형성되며, 그 이후 변형량이 증가함에 따라 결정립은 더 이상 작아지지 않고 결정립계 부근에서 전위간의 상호작용에 의해 고정각 초미세립 구조로 변화된다[5,6]. 즉, 4 회 이상의 가공에서 다양한 부호를 갖는 전위들로 구성된 두꺼운 입계 특성을 나타내지만 가공량이 증가함에 따라 입계 전반에 걸쳐 반대부호를 갖는 전위들의 소멸에 의해 비교적 얇은(sharp) 입계로 변화한다. 따라서 결정립의 크기만을 비교한다면, 높은 가공량에도

불구하고 8 회 ECAP 가공한 실행한 경우 결정립계의 분율이 상대적으로 감소하기 때문에 평균 결정립 크기는 더 크게 제어된다. 이러한 결과는 강소성 가공된 순-Ti 의 TEM 관찰을 통해 Chang 등[7]이 제시한 미세조직의 변화와 매우 잘 일치한다.

### 2.3 상온인장 물성

그림 3 은 ECAP 가공량에 따른 순-Ti 의 응력-변형 곡선이다. 본 가공조건에서 1 회 의 가공은 약 1 정도의 유효 변형량과 동일하다. 상온인장 결과로부터 초미세립 시편에서 몇 가지 중요한 점을 관찰할 수 있다. 우선 항복 강도가 311MPa

에서 655MPa 로 2 배 이상 증가하였다. 항복 강도는 가공량이 증가함에 따라 증가하여 유효 변형량이 4 인 경우 가장 높은 강도값을 나타냈으나 8 회 ECAP 가공 후 항복 강도는 다소 감소하였다. 이처럼 합금원소의 첨가 없이 결정립 미세화를 통해 순-Ti 의 강도를 성공적으로 증가시켰으며 이러한 결과를 토대로 초미세립 순-Ti 은 생체 의학용 분야에 널리 적용될 것으로 기대된다. 또한, 높은 강도 특성에도 불구하고 초미세립 순-Ti 은 항복 이후 가공 경화능이 급격히 감소하였다. 다시 말해, 가공 경화능과 관련된 항복비(yield ratio)가 0.8 에서 0.9 정도로 증가하였다. 한편 조대한 결정립 소재와는 달리 국부적인 넥킹을 수반한 두드러진 연화현상이 관찰되었는데 이는 'geometrical softening'으로 연신율의 감소와 밀접한 연관을 갖는다. 그림 4 는 조대한 결정립(30  $\mu\text{m}$ )과 초미세 결정립(0.3  $\mu\text{m}$ ) 시편의 인장 파단면에 대한 주사전자 현미경 사진이다. 두 시편은 덤플로 이루어진 연성과괴 경향을 뚜렷이 보여주고 있다. 이때 각 덤플의 크기는 결정립 크기와 유사한데 이는 연성 덤플의 경우 결정립계에 주로 발생하는 void 간의 거동과 밀접한 관련이 있기 때문이다. 또한 초미세립 5056 Al 합금에서 보고된 바와 같이[8], 초미세립 시편은 조대한 결정립 시편에 비해 덤플 내부가 매우 깊은 형상을 보여주고 있다. 이는 void 들의 합체 시 더 많은 소성 변형을

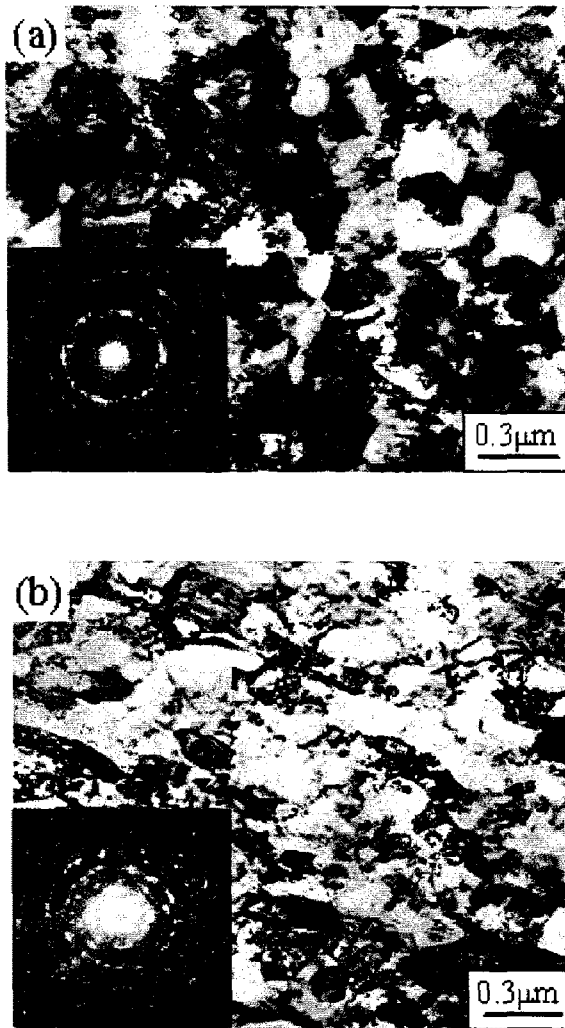


Fig. 2 TEM micrographs and corresponding SAED patterns of pure-Ti showing microstructural evolution: (a) 4 and (b) 8 ECA pressing.

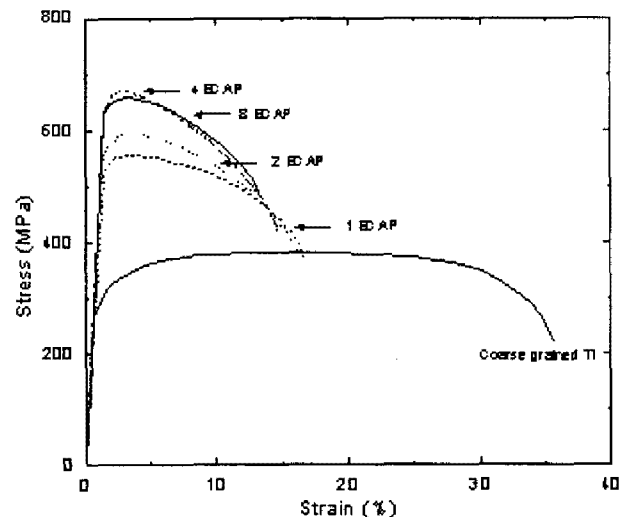


Fig. 3 Room temperature tensile properties of pure-Ti with increasing ECAP operations.

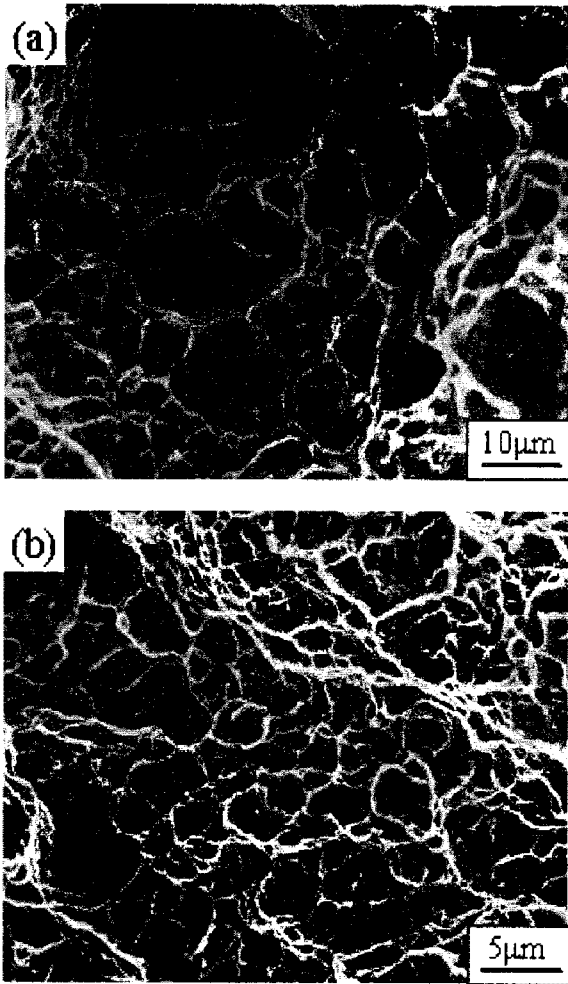


Fig. 4 SEM fractographs of tensile specimens of the (a) coarse grained (CG) and (b) ultra-fine grained (UFG) pure-Ti.

수용했음을 의미한다. 이처럼 초미세립 소재에서 많은 void 생성이 예상되며 파괴는 연성 딥플과 연관된 입내파괴(transgranular fracture) 거동을 따르는 것으로 판단된다.

### 3. 결 론

4 회 등은 ECAP 가공 후 대부분의 결정립은 등축의  $\sim 0.3 \mu\text{m}$ 로 미세화 되었다. 이러한 미세조직의 분포는 시편 전반에 걸쳐 매우 균일하였다. 이러한 결정립 미세화를 통해 초미세 결정립 순-Ti의 강도는 조대한 결정립에 비해 2 배 이상 높은 값을(655MPa) 나타냈으며 조대한

결정립 소재와는 달리 초미세 결정립 순-Ti에서는 가공경화 현상이 거의 관찰되지 않았다.

### 후 기

본 연구는 과학기술부 국가지정연구실(NRL) 사업과 민·군 겸용 기술개발사업의 지원으로 이루어졌으며, 이에 감사를 드립니다.

### 참 고 문 헌

- [1] Y. G. Ko, C. S. Lee, D. H. Shin, S. L. Semiatin, 2006, Low-temperature superplasticity of ultra-fine-grained Ti-6Al-4V processed by equal-channel angular pressing, *Metall. Mater. Trans.*, Vol. 37A, pp. 381~391.
- [2] Y. Wu, I. Baker, 1997, An experimental study of equal channel angular extrusion, *Scripta Mater.*, Vol. 37, pp. 437~442.
- [3] Y. G. Ko, D. H. Shin, K.-T. Park, C. S. Lee, 2006, An analysis of the strain hardening behavior of ultra-fine grain pure titanium, *Scripta. Mater.*, Vol. 54, pp. 1785~1789.
- [4] A. Belyakov, T. Sakai, H. Miura, R. Kaibyshev, 2000, Strain-induced submicrocrystalline grains developed in austenitic stainless steel under severe warm deformation, *Phil. Mag. Letter*, Vol. 80, pp. 711~718.
- [5] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, 2000, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 45, pp. 103~189.
- [6] Y. G. Ko, W. G. Kim, C. S. Lee, D. H. Shin, 2005, Microstructural influence on low-temperature superplasticity of ultrafine-grained Ti-6Al-4V alloy, *Mater. Sci. Eng.*, Vol. 410A, pp. 156~159.
- [7] C. P. Chang, P. L. Sun, P. W. Kao, 2000, Deformation induced grain boundaries in commercially pure aluminium, *Acta Mater.*, Vol. 48, pp. 3377~3385.
- [8] T. Mukai, M. Kawazoe, K. Higashi, 1998, Dynamic mechanical properties of a near-nano aluminum alloy processed by equal-channel-angular-extrusion, *Nanostru. Mater.*, Vol. 10, pp. 755~765.