

# 미세 결정립 Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si 합금의 저온 초소성 변형 거동

박찬희<sup>1</sup> · 이병갑<sup>1</sup> · 이종수<sup>#</sup>

## Low-Temperature Superplastic Deformation Behavior of Fine-Grained Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si Alloy

C. H. Park, B. Lee, C. S. Lee

(Received August 17, 2009 / Revised September 3, 2009 / Accepted September 8, 2009)

### Abstract

This study aimed to elucidate the deformation mechanism during low-temperature superplasticity of fine-grained Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si alloy in the context of constitutive equation. For this purpose, initial coarse equiaxed microstructure was refined to 2.2 $\mu$ m via dynamic globularization. Globularized microstructure exhibited large superplastic elongations(434-826%) at temperatures of 650-750°C and strain rate of 10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup>. It was found that the main deformation mechanism of fine-grained material was grain boundary sliding accommodated by dislocation motion with both stress exponent (n) and grain size exponent (p) values of 2. When the alpha grain size, not sub-grain size, was considered to be an effective grain size, the apparent activation energy for low-temperature superplasticity of the present alloy(169kJ/mol) was closed to that of Ti-6Al-4V alloy(160kJ/mol).

**Key Words:** Titanium Alloy, Superplasticity, Deformation Mechanism, Dynamic Globularization

### 1. 서론

Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si 합금은 우수한 비강도, 내식성, 고온 크립 특성을 가지고 있어 터빈 블레이드, 압축 디스크 등 매력적인 항공기 구조용 재료로 사용되고 있다. 특히 본 소재는 우수한 고온 연신율을 바탕으로 한 초소성 성형 및 확산 접합이 가능해 복잡한 부품의 일체화 성형 및 제조 단가절감, 무게감소 등의 이점을 가지고 있어 산업적으로 높은 잠재력을 지니고 있다[1, 2]. 하지만 본 소재의 초소성 성형은 일반적으로 900°C 이상의 높은 가공온도와 10<sup>-3</sup>s<sup>-1</sup> 이하의 느린 가공속도에서 가능하기 때문에[2] 이러한 단점을 극복하기 위해 많은 연구가 이루어졌다.

미세조직학적 측면에서 초소성 변형의 주 기구인 결정립계 미끄러짐은 알파/알파 또는 베타/베타의 결정립계 보다 알파/베타 상 경계에서 가장 쉽게 발생하는데, 결정립 미세화는 알파/베타의 분율을 증가시킴으로[3], 초소성 특성 향상을 위한 중요한 요소로 인식되고 있다. 이러한 관점에서 강소성 가공을 통한 타이타늄 합금의 결정립 초미세립화에 대한 연구가 활발히 진행되었으며 Ti-6Al-4V 합금의 경우 600°C에서 저온 초소성 특성이 보고되었다[4]. 또한 최근에는 초기 층상조직에 변형을 부가해 층 구조를 분절 시키는 동적 구상화를 Ti-6Al-4V 합금에 적용해 1.4의 변형량에서 결정립 미세립화를 달성한 후 10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>에서 고속 초소성 특성이 보고된 바 있다[5].

1. 포항공과대학교 신소재공학과  
# 교신저자: 포항공과대학교 신소재공학과,  
E-mail: cslee@postech.ac.kr

한편 결정립계 미끄러짐이 발생할 때 삼중점에 서의 응력 집중이 전위운동이나 확산운동에 의해 수용된다는데 기초하는 초소성 변형기구에 대한 구성식이 제안되었다. 그러나 이러한 방법에 의해 보고된 2상 타이타늄 합금의 초소성 변형 시 변형 활성화 에너지에 대한 값은 160~330kJ/mol로 큰 편차를 보이고 있어[4,6-8], 고온에서 단단한 알파상과 연한 베타상으로 구성된 2상 타이타늄 합금의 미세조직적 특성을 반영한 변형 활성화 에너지 측정이 필요하다.

따라서 본 연구에서는 동적 구상화를 통하여 Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si 합금의 미세조직을 균일하고 미세한 등축조직으로 제어한 후 전반적인 저온 초소성 특성, 변형률 속도 민감도 및 결정립 크기 지수에 근거한 변형 기구 및 변형 활성화 에너지에 대해 살펴보았다.

## 2. 실험방법

본 연구에 사용된 소재는 RMI에서 생산된 Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si 합금으로서 표 1에 그 화학적 조성을 나타내었다. 베타 변태 온도는 1005°C이며, 초기 미세조직은 베타 단상 온도인 1100°C에서 단조 후 954°C에서 1시간 동안 열처리 후 공랭하고 다시 593°C에서 8시간 동안 열처리 후 공랭하여 얻어진 13μm의 결정립 크기를 가지는 등축조직이었다(Fig. 1).

저온 초소성 특성 평가를 위한 인장실험은 초기 미세조직과 동적 구상화 후 미세조직, 결정립 크기지수를 구하기 위해 동적 구상화 후 850°C에서 각각 6시간, 24시간 어닐링한 미세조직에 대해 5mm의 표점 거리를 갖는 인장시편을 제조 후 INSTRON 1361을 사용하여 온도 600°C, 650°C, 700°C와 초기 변형률 속도  $10^{-2}s^{-1}$ ,  $5 \times 10^{-3}s^{-1}$ ,  $10^{-3}s^{-1}$ ,  $5 \times 10^{-4}$ ,  $10^{-4}s^{-1}$ 에서 수행되었다.

미세조직은 시편의 표면 광택 후 크롬 용액(5% HNO<sub>3</sub> + 10% HF + 85% H<sub>2</sub>O)으로 부식하여 광학현미경으로 관찰되었고, 투과전자현미경 관찰을 위해 박판의 시편을 -40°C에서 5% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>와 95% CH<sub>3</sub>OH 혼합용액으로 전해연마 후 가속전압 200 kV에서 HR-STEM, JF-2200을 사용했다. 또한 EBSD 관찰을 위해서 표면 광택 후 가속전압 30 kV에서 Helios nanolab™ 600을 사용했으며 스텝 크기는 0.08μm, CI(confidence index) 값의 범위는 0.29~0.64였다.

Table 1 Chemical composition of the present alloy

Al	Sn	Zr	Mo	Si	O	Ti
5.55	1.86	4.03	1.90	0.08	0.13	Bal.

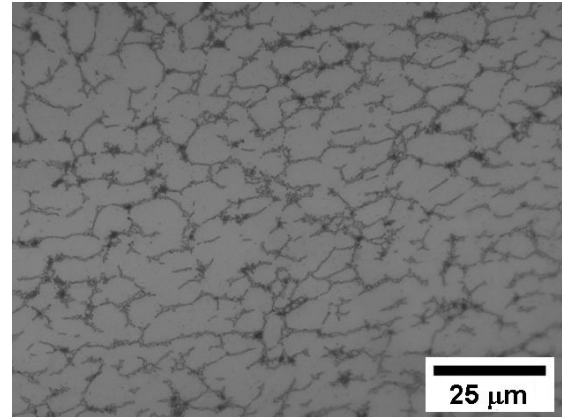


Fig. 1 Optical micrograph showing initial equiaxed microstructure

## 3. 실험결과 및 고찰

### 3.1 결정립 미세화

본 연구에서는 동적 구상화를 이용하여 결정립을 미세화 시켰다. 동적 구상화는 초기 미세조직을 등축조직으로 유도한 다음 변형을 부가해 층구조를 분절시켜 미세한 등축조직을 유도하는 방법으로써[9], 층 간격이 좁을수록 동적 구상화를 위해 필요한 변형량이 작을 뿐만 아니라 구상화 후 결정립 크기도 미세해진다[10]. 이러한 관점에서 동적 구상화를 위해서는 미세한 레스(laths)들로 이루어진 마르텐사이트 조직이 가장 유리하므로 초기 미세조직(Fig. 1)을 베타 변태 온도 이상인 1050°C에서 1시간 동안 유지후 수냉하여 Fig. 2(a)와 같은 미세한 레스(0.2μm)로 구성된 마르텐사이트 조직을 유도했다.

마르텐사이트 조직을 가지는 Ti-6Al-4V 합금의 동적 구상화에 대한 이전 연구결과에서 750°C 이하에서 압축을 가할 때는 전단띠, 알파상과 알파상 사이의 미세균열 등의 소성 불안정이 관찰되었으며[5], 이와 유사하게 마르텐사이트 조직을 가지는 Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si 합금의 압연 시 725°C에서는 시편 표면에 균열이 발생하였다. 최종적으로 본 소재의 동적 구상화를 위해서 775°C에서 10%의 압하량으로 교차압연을 실시해 총 80%

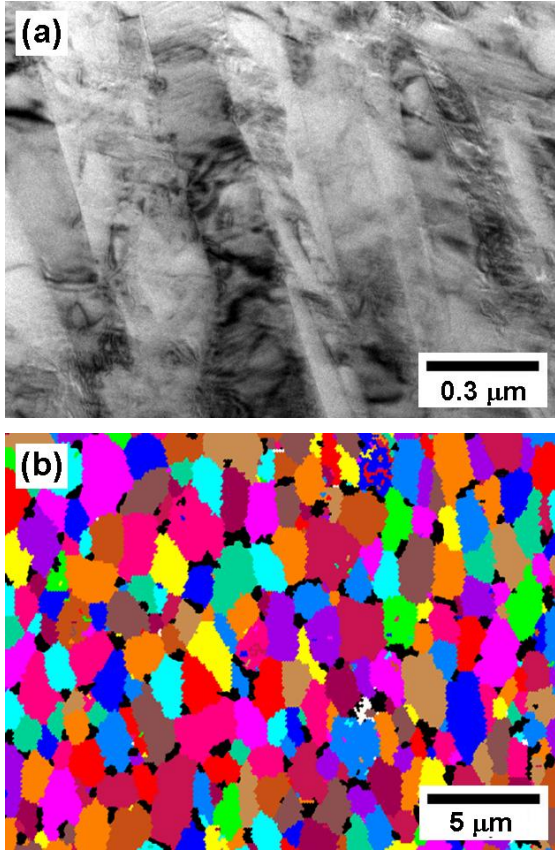


Fig. 2 The micrographs showing (a) martensite microstructure after beta-solution treatment (TEM) and (b) dynamically globularized microstructure (unique-grain color map for alpha phase with tolerance angle of 15°)

의 압하량에서 미세하게 구상화된 등축조직을 얻었다. Fig. 2(b)는 허용각(tolerance angle) 15°에서 EBSD를 사용해 관찰된 동적 구상화 후 알파상에 대한 unique-grain color map으로 결정립 크기는 2.2 μm이다.

### 3.2 저온 초소성 특성

초기 미세조직(13μm)을 가지는 시편과 동적 구상화된 미세조직(2.2μm)을 가지는 시편에 대해 750°C, 다양한 변형률 속도 하에서 인장실험 후 얻어진 유동응력곡선을 Fig. 3에 나타내었다. 전체적인 곡선의 형태는 초반에 가파른 가공경화를 보이며 최대응력에 도달한 후 점차적인 가공연화를 보인 Ti-6Al-4V 합금에 대한 이전 연구와 유사

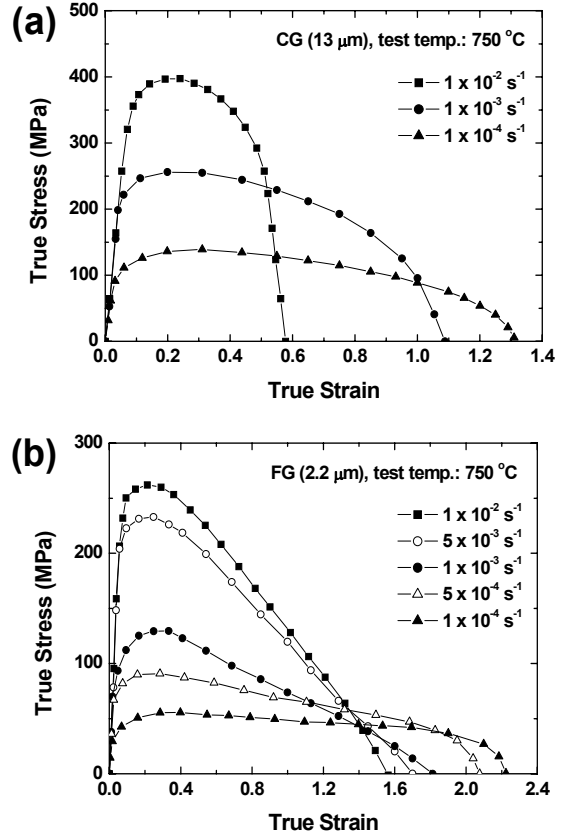


Fig. 3 Typical true stress vs true strain curves of (a) CG (coarse-grained) and (b) FG (fine-grained) specimens with the variation of strain rate at 750°C

한 경향을 보였다[4]. 또한 두 소재 모두 변형률 속도가 감소할수록 최대응력이 감소했으며 초기 미세조직을 가지는 시편의 경우 동적 구상화된 것과 비교해 동일한 실험조건 하에서 높은 최대응력을 보였다. 한편, 변형률속도가 10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup>인 경우 초기 미세조직을 가지는 시편의 경우 변형량 0.2에서 가공연화가 발생했으나 동적 구상화된 것의 경우 변형량 2.0까지 준안정 유동을 나타내며 높은 연신율을 보였다.

전체적으로 동적 구상화된 소재의 경우 초기 미세조직과 비교해 650-750°C에서 2.5배 향상된 초소성 특성을 보였다. 특히 750°C, 10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup> 조건에서는 940°C의 고온에서 실험한 이전 연구결과와 비슷한 연신율을 보였으며(Fig. 4), 이는 이전 연구보다 2배 미세한 결정립 크기 효과로 판단된다.

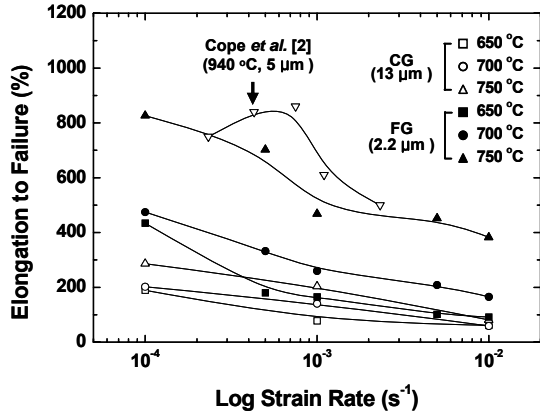


Fig. 4 Elongation to failure of CG and FG specimens tested at the temperature range of 650-750°C

### 3.3 저온 초소성 변형 기구

초소성 특성을 보이는 제한된 변형률 속도 하에서의 변형은 식 (1)과 같이 표현된다.

$$\dot{\epsilon} = A \frac{D_0 G b}{k T} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1)$$

A는 상수,  $D_0$ 는 확산에 대한 빈도 인자,  $b$ 는 버거스 벡터,  $d$ 는 결정립 크기,  $k$ 는 볼츠만 상수,  $G$ 는 전단 탄성계수,  $p$ 는 결정립 크기지수,  $n$ 는 응력지수,  $Q$ 는 변형 활성화 에너지이다.

초소성의 주 기구인 결정립계 미끄러짐 현상은 응력지수( $n$ )가 1일 경우 확산 유동에 의해, 2일 경우 전위 운동에 의해 수용되며, 결정립 크기지수( $p$ )가 2일 경우 전위 운동 또는 격자 확산, 3일 경우 결정립계 확산에 의해 수용된다[11]. 이때, 응력지수는 변형률 속도 민감지수( $m$ )의 역수이며  $m$ 은 식 (2)로 표현된다.

$$m = d \log \sigma / d \log \dot{\epsilon} \quad (2)$$

Fig. 5의 기울기는 동적 구상화 후 결정립 미세화된 소재의  $m$ 을 나타내는데 구간 II( $10^{-4} \text{s}^{-1} \leq \dot{\epsilon} \leq 2 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ )와 구간 III( $\dot{\epsilon} \geq 2 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ )의 두 지역으로 구분되었다. 특히 구간 II의  $m$ 은 0.47로써 구간 III의 0.22보다 높은 값을 보였으며,  $10^{-4} \text{s}^{-1}$ (382-826%)과  $10^{-2} \text{s}^{-1}$ (91-434%)에서의 연신률을 비교할 때 타당하다고 판단된다.

한편  $p$ 를 구하기 위해서 동적 구상화된 소재를

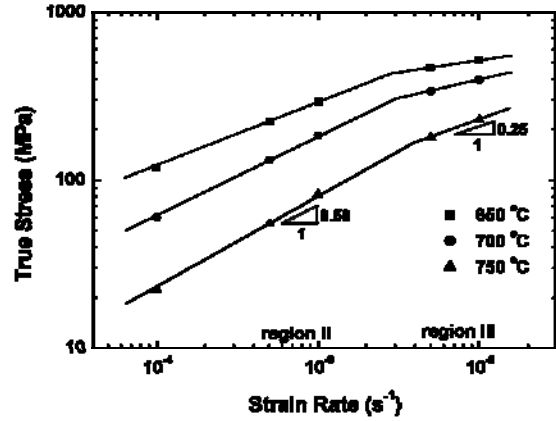


Fig. 5 Logarithmic plot of true stress vs strain rate for the fine-grained microstructure with variation of test temperature

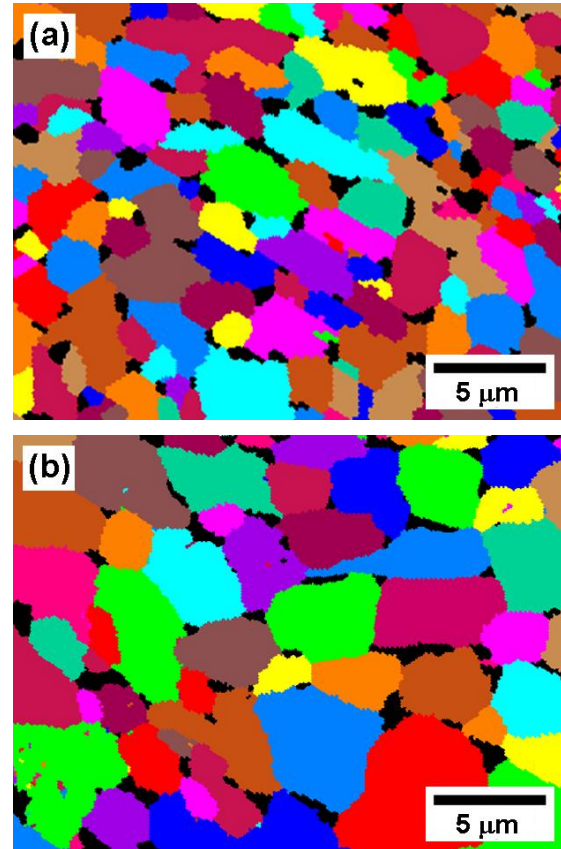


Fig. 6 The unique-grain color maps with tolerance angle of 15° developed in the fine-grained material at 850°C for (a) 6hrs and (b) 24hrs, respectively

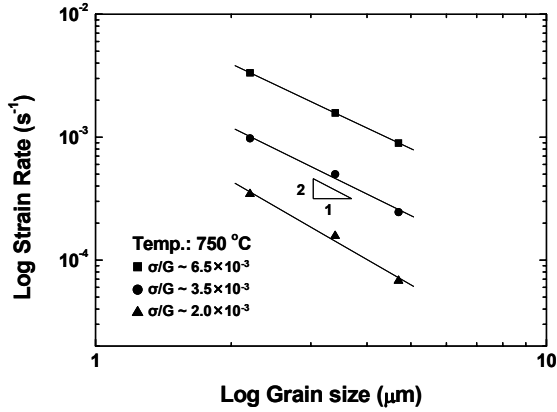


Fig. 7 Logarithmic plot of grain size vs strain rate for the present alloy with the variation of normalized stress at 750°C

850°C에서 6시간 및 24시간 동안 어닐링하여 결정립 크기를 3.4μm(Fig. 6(a))와 4.7μm(Fig. 6(b))로 제어한 후 750°C에서 인장 실험을 실시하고, 식 (3)[12]과 (4)에 근거하여 Fig. 7을 얻었다. 이때 기울기는 p를 나타내며 1.73-2.12의 값을 가졌다.

$$G(\text{MPa}) = 49200 - 25.8T(K) \quad (3)$$

$$p = -\left(\frac{d \log \dot{\epsilon}}{d \log d}\right)_{T, \sigma/G} \quad (4)$$

결론적으로 동적 구상화된 소재는 초소성 구간에서 n과 p 모두 2의 값을 가지며 앞서 서술한 바에 근거할 때 변형기구는 전위 운동에 의해 수용되는 결정립계 미끄러짐 현상으로 판단된다.

한편, n이 2의 값을 가지며 결정립계 미끄러짐이 전위 운동에 의해 수용될 때 전위 운동의 율속단계는 전위 활주 보다는 전위 상승이다[11]. 이때 활성화 에너지는 전위 상승을 위한 주된 확산 기구에 의해 결정되며[11,13], 활성화 에너지는 식 (1)로부터 식 (5)로 표현된다.

$$Q = -R \left[ \frac{\partial \ln \left\{ \dot{\epsilon} (d/b)^p \right\}}{\partial (1/T)} \right] \quad (5)$$

알파와 베타상을 동시에 가지는 2상 타이타늄 합금의 초소성 변형 시 활성화 에너지는 160-330kJ/mol의 값을 가지는 것으로 보고되었는데 [4,6-8], 이러한 큰 차이는 유효 결정립 크기를 반영하지 못해 생기는 것으로 판단된다.

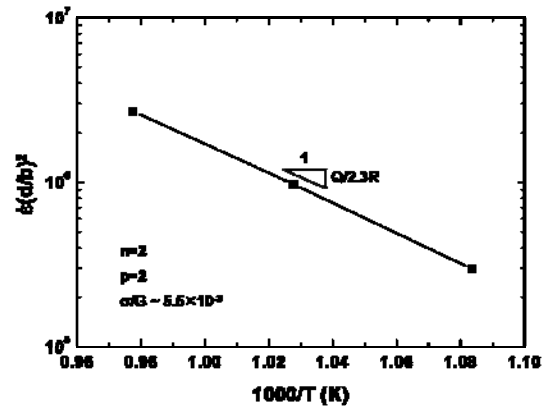


Fig. 8 Plot of  $\log \dot{\epsilon}(d/b)^p$  vs  $1/T$ , where  $p=2$  and  $b=2.953\text{\AA}$  at constant normalized stress ( $5.5 \times 10^{-3}$ )

Kim 등[14]은 미세한 등축조직을 가지는 2상의 타이타늄 합금이 초소성변형을 할 때 삼중점에서 발생하는 응력 집중이 연한 베타상에서의 전위 운동에 의해 해소된다고 주장했으며, Sargent 등[6]은 Kim 등[14]의 이론에 기초해 2상 Ti-6Al-4V 합금의 저온 초소성 변형 기구를 밝힘에 있어 알파상을 유효 결정립 크기로 간주해야 함을 밝혔다. 본 연구에서는 이러한 관점에서 15° 이상의 고경각 경계를 가지는 알파상(2.2μm)을 유효 결정립으로 간주하였다.

본 소재의 저온 초소성 변형 시 활성화 에너지는 Fig. 8의 기울기(Q/2.3R)로부터 구해졌으며 169kJ/mol 이었다. 이 값은 미세한 등축조직을 가지는 Ti-6Al-4V 합금의 초소성 변형 시 알파상을 유효 결정립으로 간주한 활성화 에너지(160kJ/mol)와 유사하다[6]. 소재가 0.4-0.6T<sub>m</sub>의 온도 구간에서 변형되거나 미세결정립을 가지는 경우 전위 운동은 결정립계 확산을 동반한 전위 상승에 의해 율속되는데[11], 본 소재의 경우 알파상(97kJ/mol)이나 베타상(137kJ/mol)의 결정립계 확산 시 활성화 에너지 보다 큰 값을 보였다[15]. 이러한 현상은 2상으로 구성된 소재의 변형 활성화 에너지는 각상의 상호작용에 의한 기계적 기여도(mechanical contribution) 때문에 평균 활성화 에너지값 보다 높은 값을 가지기 때문이다[16].

#### 4. 결 론

동적 구상화를 통하여 Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si

합금의 저온 초소성 특성을 향상 시켰으며 이에 대한 변형 기구에 대해 고찰하였다.

(1) 초기 등축조직(13 $\mu$ m)을 마르텐사이트로 유도한 후 775°C에서 동적 구상화를 통해 결정립 크기를 미세화(2.2 $\mu$ m) 시켰다.

(2) 동적 구상화된 미세조직은 초기 조직과 비교하여 약 2.5배 향상된 저온 초소성 특성을 가졌으며, 특히 750°C, 10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup>에서는 826%의 연신률을 보였다.

(3) 동적 구상화된 미세조직의 저온 초소성 변형 시 변형기구는 전위 운동에 의해 수용되는 결정립계 미끄러짐 현상이었으며(n=2, p=2), 이때 알파상을 유효 결정립으로 한 활성화 에너지 값은 169kJ/mol 이었다.

### 후 기

본 연구는 AOARD(FA4869-08-1-4001)의 지원 하에 이루어 졌으며 이에 감사 드립니다.

### 참 고 문 헌

- [1] J. H. Kim, N. S. Reddy, J. T. Yeom, J. K. Hong, C. S. Lee, N.-K. Park, 2009, Microstructure prediction of two-phase titanium alloy during hot forging using artificial neural networks and FE simulation, *Met. Mater. Int.*, Vol. 15, pp. 427~437.
- [2] M. T. Cope, D. R. Everts, N. Ridley, 1986, Superplastic deformation characteristics of two microduplex titanium alloys, *J. Mater. Sci.*, Vol. 21, pp. 4003~4008.
- [3] J. S. Kim, Y. W. Chang, C. S. Lee, 1998, Quantitative analysis on boundary sliding and its accommodation mode during superplastic deformation of two-phase Ti-6Al-4V alloy, *Metall. Mater. Trans.*, Vol. 29A, pp. 217~226.
- [4] 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.
- [5] C. H. Park, Y. G. Ko, J.-W. Park, C. S. Lee, 2008, Enhanced superplasticity utilizing dynamic globularization of Ti-6Al-4V alloy, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. A 496, pp. 150~158.
- [6] G. A. Sargent, A. P. Zane, P. N. Fagin, A. K. Ghosh, S. L. Semiatin, 2008, Low-temperature coarsening and plastic flow behavior of an alpha/beta titanium billet material with an ultrafine microstructure, *Metall. Mater. Trans.*, Vol. 39A, pp. 2949~2964.
- [7] M. L. Meier, D. R. Lesuer, A. K. Mukherjee, 1991,  $\alpha$  Grain size and  $\beta$  volume fraction aspects of the superplasticity of Ti-6Al-4V, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. A136, pp. 71~78.
- [8] T. Seshacharyulu, S. C. Medeiros, W. G. Frazier, Y. V. R. K. Prasad, 2000, Hot working of commercial Ti-6Al-4V with an equiaxed  $\alpha$ - $\beta$  microstructure: materials modeling considerations, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. A284, pp. 184~194.
- [9] C. H. Park, K.-T. Park, D. H. Shin, C. S. Lee, 2008, Microstructural mechanisms during dynamic globularization of Ti-6Al-4V alloy, *Mater. Trans.*, Vol. 49, pp. 2196~2200.
- [10] J. H. Kim, S. L. Semiatin, C. S. Lee, 2003, Constitutive analysis of the high-temperature deformation of Ti-6Al-4V with a transformed microstructure, *Acta Mater.*, Vol. 51, pp. 5613~5626.
- [11] O. D. Sherby, J. Wadsworth, 1989, Superplasticity-recent advances and future directions, *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 33, pp. 169~221.
- [12] H. Oikawa, T. Oomori, 1988, Steady state deformation characteristics  $\alpha$ -Ti-Al solid solutions, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. A104, pp. 125~130.
- [13] H. Watanabe, T. Mukai, M. Kohzu, S. Tanabe, K. Higashi, 1999, Effect of temperature and grain size on the dominant diffusion process for superplastic flow in an AZ61 magnesium alloy, *Acta Mater.*, Vol. 47, pp. 3753~3758.
- [14] J. S. Kim, J. H. Kim, Y. T. Lee, C. G. Park, C. S. Lee, 1999, Microstructural analysis on boundary sliding and its accommodation mode during superplastic deformation of Ti-6Al-4V alloy, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 263, pp. 272~280.
- [15] Z. X. Guo, N. Ridley, 1987, Modeling of diffusion bonding of metals, *Mater. Sci. Technol.*, Vol. 3, pp. 945~953.
- [16] L. Briottet, J. J. Jonas, F. Montheillet, 1996, A mechanical interpretation of the activation energy of high temperature deformation in two phase materials, *Acta Mater.*, Vol. 44, pp. 1665~1672.