

HIP 처리 티타늄기 MMC 의 기계적 특성평가[§]

손선영^{*†} · Shin-ichi NISHIDA^{**} · 이종형^{*} · 김영태^{*} · 이도경^{*} · 손용제^{***} · 장현덕^{****}
* (재)구미전자정보기술원, ** Department of Mechanical Eng., Saga Univ., JAPAN, ***두산 DST, **** 아주대학교

Estimation of Mechanical Properties of Tungsten-Fiber-Reinforced Ti-MMCs by Hot Isostatic Pressing

Sunyoung SON^{*†}, Shin-ichi NISHIDA^{**}, Jong-hyung LEE^{*},
Young-tae KIM^{*}, Do-kyung LEE^{*}, Yong-jea SON^{***} and Hyun-duck Jang^{****}
* GERI, ** Dept. of Mechanical Engineering, Saga Univ., JAPAN, *** DOOSAN DST, **** Ajou Univ.

(Received June 29, 2009 ; Revised February 18, 2010; Accepted February 23, 2010)

Key Words : Tungsten Fiber Reinforced Ti-MMCs(텅스텐 섬유보강 티타늄 복합재료), Fiber Volume Fractions(섬유 체적분율), Hot Isostatic Pressing(등방가압성형), Hardness Tests(경도시험), Tensile Strength(인장강도), Fatigue Limits(피로한도)

초록: 새로운 티타늄기 MMCs(W/ Ti-6Al-4V)에 대한 기계적 특성에 대한 연구를 행하여 평가한 결과를 나타내었다. HIP(hot isostatic pressing) 제조법과 RS(Rotary Swaging) 2 차 가공을 통하여 텅스텐 섬유 함유율이 각각 6, 9, 12 vol%인 W/Ti-6Al-4V MMCs 를 제작하였으며, 경도는 기존의 Ti-6Al-4V 합금과 비교하여 20-30%, 인장강도는 50%(비강도-38%) 높은 값을 얻었다. 섬유 함유율 9vol.% 에서 가장 높은 인장 값을 나타내었으며, MMCs 에서 매트릭스와 계면 사이에 생성된 확산상에 의해서 경도 및 인장강도가 향상되었다. 또한 피로 강도를 향상 시키기 위한 방법으로 매트릭스의 질적 향상을 위한 HIP 제작조건에 대한 추가적인 연구가 필요하다.

Abstract: The objective of this study is the estimation of the mechanical properties of HIP-treated MMCs by an optimized manufacturing process. The Ti-MMCs were fabricated by HIP and rotary swaging (RS) for secondary processing. The Ti-MMCs with different tungsten fiber contents of 0, 6, 9, and 12 vol% were subjected to tensile tests, fatigue tests, and hardness tests. The results show that the hardness values of Ti-MMCs increased with the increasing volume percent of tungsten fibers, the tensile strength increased by approximately 50% (specific strength: 38%) at the 9 vol%. The value of tungsten-fiber orientation F affects the tensile strength. The fatigue strengths of the Ti-MMCs did not improve. HIP is a useful manufacturing method for Ti-MMCs and RS is an important process for improving fiber orientation during secondary processing.

1. 서 론

티타늄 및 그 합금은 많은 우수한 기계적 특성, 그 중에서도 특히 고강도 및 내부식성에 대한 성질이 우수해서 우주, 항공, 해양, 의료, 레저 산업 등에 널리 사용되고 있다.⁽¹⁻³⁾ 그러나 이 재료를 사용하여 최종적인 제품형태까지 만드는 데까지의 비용은 다른 철강 재료들과 비교해서 훨씬 많이 드는 것이 사실이다.

이러한 경제적인 이유로 우수한 기계적 특성과 풍부한 매장량을 가지고 있음에도 불구하고 그 사용범위가 제한되어 있다. 따라서, 제조비용을 낮추기 위한 제조공정에 대한 체계적이고 지속적인 연구와 포괄적인 기계적 특성평가에 의한 재료의 특성에 맞는 이용법의 고찰과 기계적 특성의 향상으로 인한 구조물의 수리 및 부품교환에 사용되는 비용을 절감하게 된다면, 지금보다 훨씬 그 사용 범위가 확대될 것으로 기대된다.^(4,5) 본 연구에서는 티타늄 합금의 우수한 비강도 특성과 관련하여 기지재로 티타늄 합금을 사용한 복합재료에 착안하였다. 지금까지의 티타늄 합금을 매트릭스로한 복합재료에 관한 연구는 다양한 제작방법으로 연구가

§ 이 논문은 대한기계학회 2009년도 경북지부 춘계학술대회 (2009. 5. 8., 경일대) 발표논문임

† Corresponding Author, syson@geri.re.kr

진행되고 있으나, 보강재로 금속섬유를 사용한 금속기복합재료(MMC; Metal Matrix Composite)의 제작조건에 대한 연구^(6,7)는 비교적 드물다. 따라서 본 연구에서는 실험 재료로 티타늄 합금 중에서 가장 대표적인 Ti-6Al-4V 합금을 매트릭스로 사용하였으며,⁽⁸⁾ 보강재로는 금속 중에서도 가장 높은 용융점을 가지며 기계적 가공성이 우수한 텅스텐 섬유를 사용하였다. 상기 MMC 에 대한 제조방법으로는 HIP⁽⁹⁾ (Hot Isostatic Pressing) 제작법으로 온도 조건을 달리하여 시험편을 제작하였으며 또한 2차 가공의 영향을 평가하기 위하여 RS (Rotary Swaging)으로 섬유의 배향성을 향상시켰다. 본 연구에서는 HIP 처리 후, 2차 가공으로 RS 과정을 거쳐 제작된 MMCs 의 미세구조 관찰과 더불어 인장 및 피로시험에 의한 상온에서의 기계적 특성을 상용 Ti-6Al-4V 합금(Sumimoto materials)과 비교 평가하였다.

2. 실험 방법

2.1 재료

Table 1 에 본 실험의 매트릭스로 사용된 Ti-6Al-4V 합금 분말(Automizing//평균직경 약 70 μ m)의 화학성분을 나타내었다. Table 2 에는 보강재로 사용된 텅스텐 섬유의 인장강도 및 종횡비(섬유지름/섬유길이)를 각각 나타내었다.

먼저, 티타늄 분말과 텅스텐 단섬유의 혼합분을 용기에 넣어 혼합 가압성형(성형압 80~140MPa)한 후, Ar 분위기에서 HIP 처리(Dr. hip)를 하였다. Fig. 1 은 본 실험에 사용된 Ti-6Al-4V 합금 분말 과 텅스텐 섬유를 나타낸 것이며, Fig. 2 에는 구체적인 HIP 조건을 나타내었다. HIP 처리 후, 텅스텐 섬유의 배열성을 좋게 하기 위하여 2차 가공으로 RS(Rotary Swaging)을 각각 실시하였다. 텅스텐 섬유의 함유율은 0, 6, 9, 12 vol%로 각각 달리 하였으며, 시험편은 HIP- 2차 가공-섬유함유율 순으로 나타내었다.

2.2 실험 방법

가공된 시험편들은 가공시의 잔류응력을 제거하기 위하여 진공로에서 600°C /0.5hr.의 조건으로 어닐링하였으며, 각 시험편은 표면 거칠기에 대한 영향을 줄이기 위하여 에머리 페이퍼 (#400~3000) 와 알루미늄 파우더 (Al₂O₃/0.1 μ m) 연마 후, 미세조직의 관찰을 용이하게 하기 위하여 10%HF + 20%HNO₃/4sec. 로 부식시켰다.

경도시험은 마이크로 비커스 경도기 (JIS-Z2244)로 측정하였으며 인장시험은 각 Simatsu 사의 유압식 만능시험기 (용량 98kN)를 사용하였으며, Ono 형의

Table 1 Chemical compositions of Ti-6Al-4V alloy

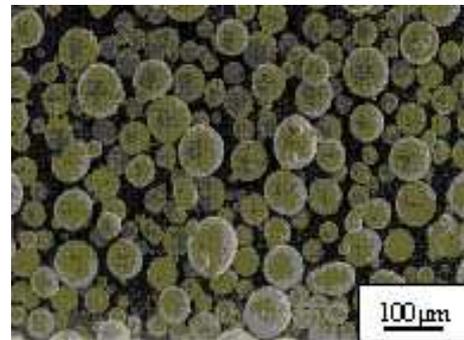
Al	V	Fe	O	C	N	H
6.14	3.93	0.17	0.19	0.011	0.014	0.0043

(Mass%)

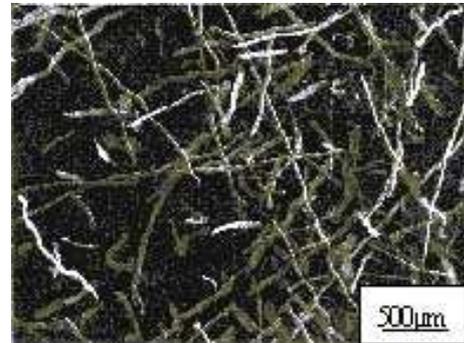
Table 2 Tensile strength and aspect ratio of W fiber

Fiber diameter d (μ m)	Tensile strength σ (MPa)	Aspect ratio l*/d		
		Max.	Min.	Ave.
20	3430	135	7.0	47.9

*l; Fiber length, d; Fiber diameter



(a) Ti-6Al-4V powder



(b) W short fibers

Fig. 1 Materials for the development of W short fiber reinforced Ti-6Al-4V alloy MMC

회전굽힘 피로시험기(용량 14.7N·m, 3000rpm)로 상온에서 피로시험을 행하였다. 또 실험후의 파단면은 SEM 관찰을 하였다. Fig. 3 에 인장 및 피로 시험편의 형상을 나타내었다.

3. 결과 및 토의

3.1 미소구조 및 경도

Fig. 4 에 본 실험에서 사용되어진 MMCs 의 미소구조를 Ti-6Al-4V 합금과 비교하여 나타내었다. 이 그림으로부터 HIP 처리에 의하여 β 상이 parallel 하게

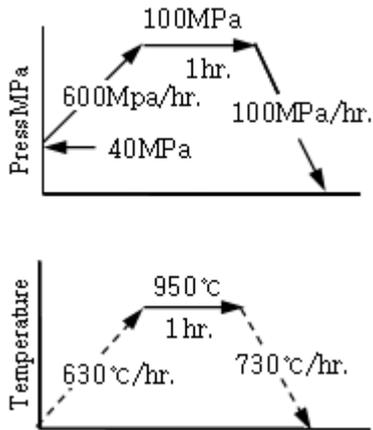


Fig. 2 HIP treatment conditions

배열된 것이 관찰되었으며(b), 또한 텅스텐 섬유 함유에 의해 β상의 충분한 성장보다는 텅스텐 섬유와 Ti-6Al-4V 기지재 사이에 계면이 눈에 띄었으며, 텅스텐 섬유의 분산과 배열은 양호한 것으로 관찰되었다(c). 섬유와 기지재 사이의 계면은 EPMA 분석결과 텅스텐 섬유의 분자가 Ti-6Al-4V 기지재로 확산된 확산상으로 나타났다. 그것을 Fig. 4 (d) 에 나타내었다. MMCs 에서의 각 부분에 대한 경도측정 결과를 Table 3 에 나타내었다. 이 결과로부터 텅스텐 보강섬유와 기지재 사이 계면의 경도값은 Ti-6Al-4V 합금과 비교하여 20~30% 정도 향상된 것을 알 수 있다. 그리고 섬유 함유율이 증가할 수 정도 값이 증가하는 것을 알 수 있는데, 본 MMCs 에서 섬유 함유율의 증가에 따라 계면의 확산상도 증가한다고 볼 때 확산상의 존재가 경도값의 향상과 관련이 있다고 생각된다. 또한 텅스텐 섬유 첨가에 따른 각 조건별 이론 밀도와 HIP 처리후의 각 시편의 상대 밀도를 Table 4 에 나타내었다. 텅스텐 섬유의 함유율이 증가할수록 이론밀도는 낮은 값을 보였으며, 상대밀도는 HIP 처리에 의해 감소하였다.

3.2 인장 결과 및 2 차 가공의 영향

Table 5 에 본 실험에 사용된 재료들의 인장실험 결과를 나타내었다. 실험 결과로부터 텅스텐 섬유가 보강된 MMCs 시험편의 인장강도가 향상된 것을 알 수 있다. 특히, 섬유함유율 9 vol% 에서 가장 높은 인장강도 값을 나타내었으며, 기존의 Ti-6Al-4V 합금과 비교해 볼 때 약 50%(비강도 38%)정도 향상되었다. 또한 보강섬유를 첨가한 HIP-RS-9 의 경우 연신이 거의 없었으며, 보강섬유를 첨가하지 않은 HIP-RS-0 의 경우도 기존의 Ti-6Al-4V 합금과 비교해서 매우 낮은 연신율을 보였다. 이러한 결과로부터 HIP 처리로 인하여 연신율이 저하되며, 섬유보강시 생성되는 계면의 존재가

Table 3 Results of Vickers hardness test

Materials	Average	Surface*	Core*	Matrix**	Interface**
Con.	316.9	320.5	313.2	-	-
HIP-0	-	334.3	345.0	-	-
HIP-6	381.0	410.0	373.0	359.5	424.6
HIP-9	405.5	421.3	379.9	382.2	453.5
HIP-12	418.2	431.3	396.0	406.0	437.5

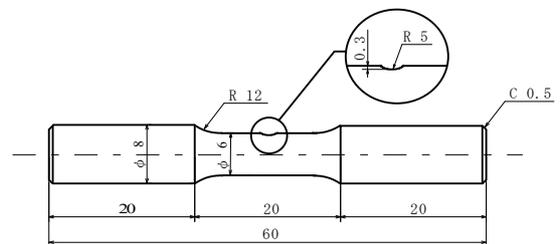
* ; HV(1.96N) ** ; HV(0.049N)

Table 4 Densities of MMCs

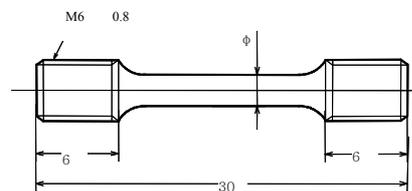
Materials	Theory density (g/cm ³)	Relative density (%)
HIP-RS-6	5.36	82.2
HIP-RS-9	5.8	70.6
HIP-RS-12	6.25	64.2

Table 5 Tensile strength of MMCs

Materials	Tensile strength MPa	ε (%)
Con.	980	12
HIP-RS-0	1088	1.8
HIP-RS-6	1144	-
HIP-RS-9	1520	0.36
HIP-RS-12	1288	-



(a) Fatigue specimen

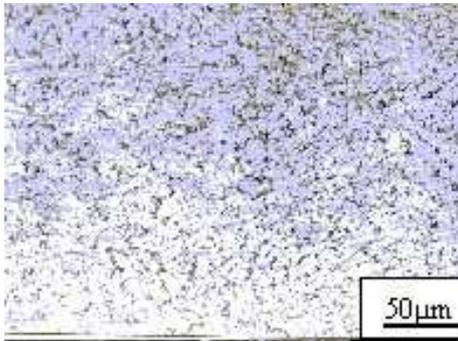


(b) Tensile specimen

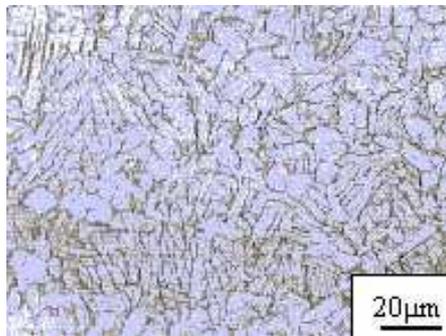
Fig. 3 Specimen geometry (Unit: mm)

연성을 더욱 저하시킨다고 사료된다.

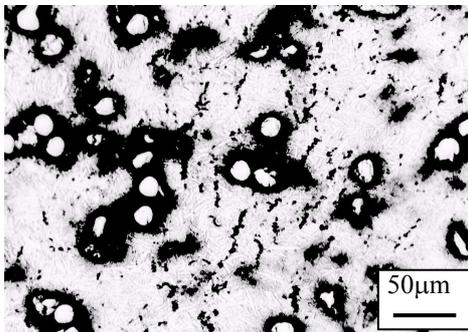
또한, MMCs 의 계면 사이 확산상의 존재는 국부적인 계면 즉, 텅스텐 섬유와 Ti-6Al-4V 기지재 사이의 강도를 향상시킴으로 인장 강도를 향상시키는데 기여 했다고 생각된다. 텅스텐 섬유를 보강함으로 경도 및 인장 강도가 향상되는 효과를 얻었다.



(a) Con. Ti-6Al-4V alloy



(b) HIP-RS-0



(c) HIP-RS-9



(d) Microstructure of composite

A:W fiber, B: diffusion phase, C: Ti-6Al-4V matrix

Fig. 4 Microstructure of HIP treated specimen comparing with conventional Ti-6Al-4V alloy, vertical section

Table 6 Hellman's orientation coefficient

Materials	Coefficient
HIP-RS-6	0.8995
HIP-RS-9	0.9121
HIP-RS-12	0.8717

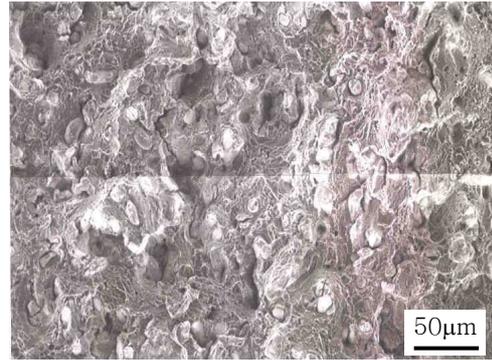


Fig. 5 Fracture surface after tensile test for HIP-RS-9

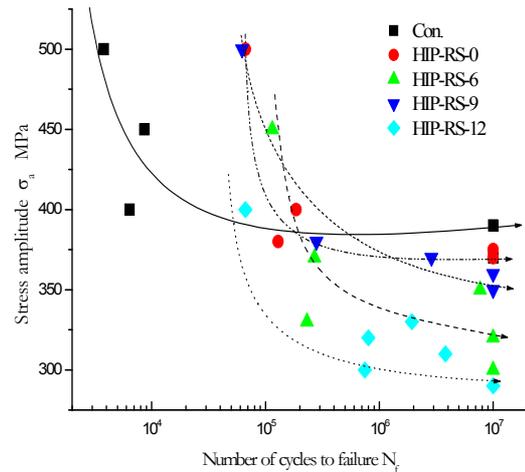


Fig. 6 MMCs S-N Curves with various fiber volume fractions

보강섬유의 배향성의 영향을 알아보기 위하여 Hellman's orientation coefficient⁽¹⁰⁾를 이용하여 섬유배열계수를 계산하였다. 그 결과 값들을 Table 6 에 나타내었으며 다음 식으로 구하였다.

$$F = \{3 (\cos 2\theta) - 1\} / 2 \quad (1)$$

여기에서, θ 는 섬유의 L 방향에 대한 R 방향으로 텅스텐 섬유가 가지는 배향각을 나타내며, $F=1$ 은 완벽한 수평 방향을 $F=0$ 은 배향각이 랜덤한 상태를 $F=-1/2$ 는 수직인 배향각을 의미한다.

Table 6 의 결과에서 가장 높은 섬유 배향성을 나타낸 HIP-RS-9 가 가장 높은 인장 강도값을 나타내었다. 이것으로 섬유의 배향성이 인장강도와 관련이 있다는



Fig. 7 Porosities in Ti-6Al-4V matrix after fatigue test (HIP-RS-9) A: fiber, B: porosity

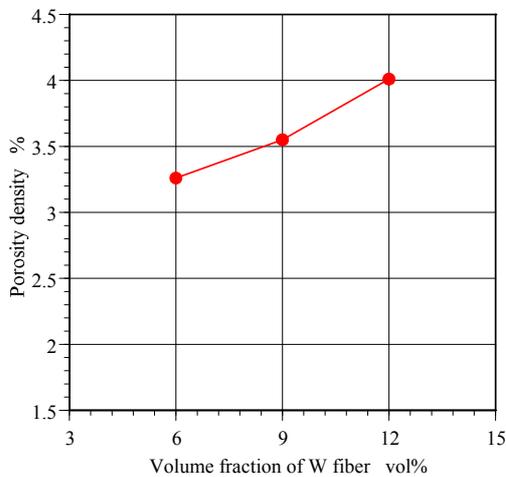


Fig. 8 Porosity density for various fiber volume fraction on HIP-RS MMCs

것을 알 수 있었다. 금속기 섬유보강 복합재에서 인장 강도를 향상시키는 방법으로 HIP 처리 후 2 차 가공을 통하여 보강 섬유의 배향성을 높이는 것이 효과적이라고 생각된다.

Fig. 5 에 인장 실험 후의 파면의 SEM 사진을 나타내었다. 그림에서 볼 수 있듯이 인장 파단면에서 섬유와 계면은 분리되지 않고 잘 접착되어 있었으며, 비교적 평탄한 파단면을 보였다. 또한 기지재의 파단과 섬유의 파단이 비교적 고르게 나타나고 있는 것이 관찰되었으며, 기존의 Ti-6Al-4V 합금과 비교 하여 HIP-RS-9 의 경우 최고 50% 이상 향상된 인장강도 값을 보이는 것으로 보아 파단시 기지재와 더불어 응력분산 역할을 잘 수행하였다고 생각된다.

3.3 피로시험 결과

Fig. 6 에 Ti-MMCs 의 S-N 피로시험 결과를 나타내었다. 그림에서 보강 섬유를 첨가하지 않은 시험편의 피로 강도는 Ti-6Al-4V 합금과 유사한 값을 나타내었으나 텅스텐 섬유를 보강한 재료의 경우 약

10~25% 정도 낮게 나타났으며, 섬유 함유율 0-9- 6-12 vol.%순으로 감소하였다. 또한 Ti-6Al-4V 합금과는 다른 고주기 피로 파괴의 양상을 나타내었다. Fig. 7 은 Ti-6Al-4V 합금에서 피로시험 후 파면의 SEM 사진을 나타낸 것으로 파면에서 미소공공이 관찰되었다. 미소공공은 피로강도를 저하시키는 요인으로 생각되는데 이러한 미소공공의 밀도와 텅스텐 섬유량과의 관계를 고찰 하기 위해 스테레오 스코프로 미소공공의 밀도를 측정하였으며 이를 Fig. 8 에 나타내었다. 미소공공은 크기가 대략 3~4µm 정도로 Ti-6Al-4V 매트릭스와 텅스텐 주변에서 관찰되었으며, 미소공공의 양은 텅스텐 섬유량이 증가할수록 함께 증가하였다. HIP 제조 시 기지재에 생성된 결함으로 인하여 Ti-MMCs 의 피로강도는 기존 Ti-6Al-4V 합금의 피로강도보다 저하되었다고 생각된다. 비교적 내부의 결함에 민감하지 않은 인장 강도와는 달리 표면 및 내부의 결함에 매우 민감한 피로파괴는 특히, 텅스텐 섬유의 배향성이 낮고 미소공공의 밀도가 높은 HIP-RS-12 시험편에서 강도의 저하가 더욱 두드러졌다. 본 연구를 통하여 MMCs 에서 피로 강도를 향상시키기 위해서는 기지재의 결함을 최소화한 HIP 제작 조건확립과 결함의 발생메카니즘을 규명하기 위한 추가적인 연구가 지속적으로 필요하다는 것을 확인하였다.

4. 결론

W/ Ti-6Al-4V 합금 MMCs 에 대한 기계적 특성을 평가한 결과를 요약하면 다음과 같다.

(1) HIP 제조법과 RS(Rotary Swaging) 2 차 가공을 통하여 텅스텐 섬유 함유율이 각각 6, 9, 12 vol%인 W/Ti-6Al-4V MMCs 를 제작할 수 있었다.

(2) W/Ti-6Al-4V MMCs 의 경도는 기존의 Ti-6Al-4V 합금과 비교하여 20-30%, 인장강도는 50%(비강도-38%) 높은 값을 얻었다. 섬유 함유율 9vol.% 에서 가장 높은 인장 값을 나타내었으며, MMCs 에서 매트릭스와 계면 사이에 생성된 확산상에 의해서 경도 및 인장강도가 향상 되었다.

(3) W/Ti-6Al-4V MMCs 의 피로강도는 저하되었는데, 파단면 관찰결과 피로강도를 저하시킨 원인으로 생각되는 미소공공이 Ti-6Al-4V 매트릭스에서 관찰되었으며 텅스텐 섬유의 함유율이 증가할수록 미소공공의 밀도도 함께 증가 하였다.

(4) 피로 강도를 향상시키기 위한 방법으로 매트릭스의 질적 향상을 위한 HIP 제작조건에 대한 추가적인 연구가 필요하다

참고문헌

- (1) Hayashi, T., 1980, "The Composite Material Engineering," pp. 1173~1181
- (2) Ritchie, R.O., Dauskardt, R.H. and B.N.Cox., 1991 "Fatigue of Advanced Materials," MEPE Ltd, 315.9
- (3) Ochiai, S., Hojo, M., 1995, "Analysis of the Interface Mechanics and Its Characteristics of Composite Material," *JSCM*, 21-2, pp. 37~46.
- (4) Smith, W.F., 1994, "Structure and Properties of Engineering Alloys," McGraw-Hill Book Co.
- (5) Donachie, M.J. Jr., 1988, "Titanium a Technical Guide," ASM international.
- (6) Son, S., Nishida, S., Hattori, N. and Nakano, K., 2002, "Fatigue Properties of Tungsten Fiber Reinforced Ti-6Al-4V alloy by HIP Fabrication," *JSME*, 68-666 (A), pp. 93~98
- (7) Son, S., Nishida, S., Hattori, N., Nakano, K., 2000, "Fatigue Properties of Tungsten Fiber Reinforced Ti-6Al-4V Alloy," *Key Eng. Mat., Trans Tech*, 183-187(2), pp. 963~968
- (8) Nishida, S., Hayashi, K., Hattori, N., Nakano, K., Yanagida, Y., Tamasaki, H., 2000, "Mechanical Properties of MMC Based on Ti alloy," *Key Eng. Mat., Trans Tech.*, pp. 1243~1248
- (9) 1989, Titanium Material Researchers, Present Aspect of Titanium Materials Research in Japan, p. 81.
- (10) Lee, D., Kim, J., Kim, S., Lee, W. and Kim, W., 1993, "Study on the Processing of Long Fiber - Reinforced Composite Materials for Thermoforming-On the Correlation Coefficient between Separation and Orientation," *Trans. Of the KSME (A)*, Vol. 17, No. 5, pp. 1106~1111.