Ti-15-3합금의 결정립 미세화가 인장 특성에 미치는 영향

이찬영 · 박용민 · 이영국[†]

연세대학교 공과대학 신소재공학과

Effect of Grain Refinement on Tensile Properties of Ti-15-3 Alloy

Chanyoung Lee, Young-Min Park and Young-Kook Lee[†]

Department of Materials Science and Engineering, Yonsei University, Seoul 120-749, Korea

(2009년 10월 13일 접수 : 2009년 11월 6일 최종수정 : 2009년 11월 7일 채택)

Abstract Titanium alloys have been attractive due to a high ratio of strength to weight as well as good corrosion resistance. However, strengthening causes a decrease in ductility in Ti alloys, as is usual in other alloys. For enhanced strength without ductility reduction, grain refinement and tensile properties were investigated as functions of thickness reduction of cold rolling and annealing condition in Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al alloy with a β single phase. The average grain size of the specimen, which was cold-rolled by 90% and annealed at 700°C for 5 min, was decreased to approximately 19 μm . The grain refinement of 63 μm to 19 μm increased yield stress by 90 MPa without a significant decrease in total elongation. The Ti-15-3 alloy exhibited very low work hardening during tensile test at a crosshead speed of 2 mm/min. This result was discussed based on dynamic recovery associated with dislocation annihilation in grain boundaries.

Key words Ti-15-3, recrystallization, grain size, yield stress.

1. 서 론

마그네슘, 알루미늄과 더불어 경량합금으로 각광받고 있는 티타늄은 낮은 밀도, 높은 비강도, 우수한 내식성 등으로 인하여 항공우주, 군수, 스포츠와 같은 고부가가치 산업에 사용되고 있다. 그러나, 순수 티타늄의 낮은 강도 때문에 대부분의 경우 다른 금속원소를 첨가한 합금의 형태로 사용되고 있다. 이 중 β -Ti 합금은 α 합금이나 $\alpha + \beta$ 합금보다 우수한 성형성과 열처리에 의한 높은 인장강도 및 파괴인성을 갖고 있다. β -Ti 합금 중 널리 쓰이고 있는 Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al(Ti-15-3) 합금은 높은 비강도와 인성, 우수한 냉간성형성을 갖고 있어 고강도 경량화 소재로 널리 사용되고 있다.¹⁾

Ti-15-3 합금의 강화는 주로 β -천이온도 이상인 약 1000°C에서 용체화처리 후 600°C 정도에서 시효처리를 통하여 β -기지 내에 α 상을 석출시키는 방법이 사용되고 있다.²⁾ 특히, 시효 처리 전에 냉간가공을 하면 미세한 α 상을 분산 석출시킬 수 있어 보다 큰 강도의 향상을 기대할 수 있다.³⁾ 그러나 이러한 시효처리는 연성과 인성의 급격한 감소를 동반하기 때문에, 최근에 연성의 큰 저하 없이 강도를 향상시키기 위한 많은 연구가 진행되고

있다. 대표적으로 냉간가공과 시효처리 사이에 β -천이온도 이상의 온도에서 짧은 시간동안 중간 회복 열처리하는 연구가 진행되고 있다.⁴⁻⁶⁾ 중간 회복 열처리를 통해 연성은 2~3% 회복되지만, α 상 석출이 없는 β -Ti 합금에 비해서는 여전히 연성이 낮다.

따라서, 본 연구에서는 연성을 감소시키는 α 상의 석출 없이, β 상의 결정립 미세화가 Ti-15-3 합금의 강도와 연성에 미치는 영향에 대해 조사하고자 하였다.

2. 실험 방법

본 실험에 사용된 재료는 미국 Allegheny Teledyne 사로부터 구입한 직경 140 mm의 원통형으로 단조된 Ti-15-3 합금으로 평균 결정립 크기는 300 μm 이다. 냉간가공도와 재결정 열처리 조건이 β 상의 결정립 미세화에 미치는 영향을 알아보기 위하여 60" $\times$ 12" $\times$ 150" mm³의 각재로 기계 가공하였다. 냉간가공도가 결정립 미세화에 미치는 영향을 조사하기 위해 두께 감소율 30%, 50%, 73%, 83%, 90%로 상온에서 냉간압연 하였다. 재결정 열처리는 염욕로에서 790°C에서 40분간 실시한 후 수냉하였다.

결정립 미세화를 위한 최적의 재결정 열처리 조건을 찾기 위해서 90%로 냉간압연한 판재를 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 770°C, 790°C에서 각각 3, 5, 10분간 염욕로를 이용하여 열처리한 후 수냉하였다. 재결정 열처리 조건은

[†]Corresponding author
E-Mail : yklee@yonsei.ac.kr (Y. -K. Lee)

Fig. 1. Optical micrographs of (a) 50 % and (b) 83 % cold-rolled specimens and recrystallized specimens at 790°C for 40 min after (c) 50 % and (d) 83 % cold-rolling.

경도 변화 곡선을 이용하여 결정하였으며, 경도 측정은 로크웰 경도기(B scale)를 이용하여 측정하였다.

미세조직 관찰은 시편을 기계적 연마한 후, 5% HF, 10% HNO₃, 85% H₂O 혼합용액으로 에칭하여 광학현미경을 이용하여 관찰하였다. 평균 결정립 크기는 linear intercept method⁷⁾를 사용하여 측정하였다.

기계적 성질 평가를 위하여 표점부의 거리 25 mm, 폭 6 mm, 두께 2.5 mm를 갖는 ASTM B557M 규격으로 제작된 인장시편을 Instron(Model-3382) 장비를 이용하여 2 mm/min의 변형속도로 상온에서 인장시험을 실시하였다.

인장 시편내의 전위를 관찰하기 위해 투과전자현미경(JEOL JEM2100F)을 이용하였다. 투과전자현미경 관찰을 위한 thin foil 시편은 -40°C의 5% sulfuric acid + 95% methanol 혼합 용액에서 twin-jet polishing 방법으로 만들었다.

3. 결과 및 고찰

결정립 미세화에 대한 냉간가공도의 영향을 살펴보기 위해 30~90%로 냉연된 판들을 790°C에서 40분 동안 열처리 하였다. Fig. 1은 그 중 50%와 83% 냉간압연된 시편과 냉간압연한 후 재결정된 시편의 광학사진이다. 83%로 냉간압연된 시편이 50%로 냉간압연된 시편보다 결정립 크기가 작음을 알 수 있다. 이처럼 냉간압연량 증

Fig. 2. Change in grain size with thickness reduction of cold rolling in Ti-15-3 alloy.

가에 따른 결정립 미세화 원인은 냉간압연에 의해 Fig. 1(a)과 (b)처럼 결정립 내에 미세한 슬립밴드, 전위, 기계적 쌍정과 같은 다량의 격자결함⁸⁾들이 도입되고, 이 격자결함들이 재결정립들의 핵 생성 처로 작용하기 때문으로 생각된다. 냉간압연량에 따른 결정립 크기의 변화를 Fig. 2에 나타내었다. 냉간압연량이 증가함에 따라 β 상의 결정립 크기가 거의 직선적으로 감소되었으며, 냉간압연량이 90%일 때는 평균 결정립 크기가 약 67 μm이었다. 그러나, 이 결정립 크기는 냉간압연 후 중간 회복

Fig. 3. Isothermal Precipitation-Time-Temperature (PTT) diagram for α precipitation in β matrix of Ti-15-3 alloy.⁴⁾

열처리를 하여 얻어진 평균 결정립 크기인 약 30 μm 보다 2배 정도 크다.⁹⁾ 이에 결정립 크기를 더 최소화하기 위해 냉간압연량을 90%로 하여 재결정 온도와 시간을 변화시켜 결정립을 미세화시켜 보았다.

Fig. 3은 α 상의 등온 석출 속도를 보여주고 있다.⁴⁾ 이 그림을 토대로 재결정 열처리 시 α 상이 석출되지 않도록 450~790°C에서 3, 5, 10분간 등온 열처리하는 것을 재결정 열처리 조건으로 정하였다. Fig. 4는 재결정 열처리 조건이 다른 시편들의 경도 값으로, 재결정되었

Fig. 4. Rockwell hardness of the specimens which were 90% cold-rolled and annealed at different temperatures of 450°C to 790°C for 3, 5, and 10 min, respectively.

는지를 알아보기 위해 측정했다. 온도에 따라 경도 값을 살펴보면 450°C에서 열처리된 시편의 경도 값이 가장 높았으며, 온도가 높아질수록 경도 값은 점차 감소하다가 대략 750°C 이상에서는 거의 일정한 경도 값을 보인다.

재결정 열처리 시간에 따른 경도 값을 비교해 보면 3분일 때의 경도 그래프는 완만하게 감소하는 곡선을 그리며, 750°C에서 재결정이 완료되었다고 판단된다. 그러

Fig. 5. Optical micrographs of recrystallized specimens at (a) 770°C for 3 min, (b) 770°C for 5 min, and (c) 790°C for 3 min after 90% cold rolling.

Fig. 6. Change in grain size of recrystallized specimens as functions of annealing temperature and time.

Fig. 8. Change in yield stress with grain size in Ti-15-3 alloy with a β single phase.

Fig. 7. (a) Engineering and (b) true stress-strain curves of recrystallized specimens at different annealing conditions.

나, 재결정 열처리 시간이 5분과 10분의 경우에는 정도가 약 600°C 전후로 급격하게 감소하고, 700°C 정도에서 재결정이 완료되었다고 판단된다. 이를 확인하기 위해 각각의 재결정 열처리 조건에서 미세조직을 관찰해 보았다. Fig. 5는 90% 냉간압연을 한 후, 770°C에서 3분, 5

분으로 열처리한 시편과 790°C에서 3분으로 열처리한 시편의 광학사진을 보여주고 있다. 3분간 열처리한 경우, 770°C에서 열처리한 경우가 790°C에서 열처리한 경우보다 결정립 크기가 더 작은 것을 확인할 수 있으며, 동일한 770°C에서는 열처리 시간이 길어짐에 따라 결정립 성장이 매우 빨리 진행되고 있음을 알 수 있다. Fig. 6은 재결정 온도와 시간에 따라 결정립 크기의 변화를 보여주고 있다. 이를 통해 온도가 낮고, 시간이 짧으면 결정립 크기가 작아지는 것을 볼 수 있다. 그 중 700°C에서 5분간 열처리된 시편의 경우 평균 결정립 크기는 약 19 μm 로, 이는 앞서 언급한 중간 회복 열처리를 하여 얻어진 평균 결정립 크기인 약 30 μm 보다도 미세하다.

Fig. 7은 서로 다른 재결정 열처리 조건에서 재결정된 시편들의 응력-변형률 곡선이다. 재결정 열처리 온도가 낮아 결정립 크기가 작을수록 항복강도는 증가함을 알 수 있다. 이를 보다 명확히 보기 위해 결정립 크기에 따른 항복강도의 변화를 Fig. 8에 나타냈다. 결정립 크기가 작을수록 항복강도는 증가하고 있으며, 평균 결정립 크기가 약 19 μm 의 경우에는 평균 결정립 크기가 약 63 μm 인 경우보다 항복강도가 90 MPa 정도 높은 것을 알 수 있다. 이 그래프를 보면 결정립 크기가 커질수록 항복강도는 급격하게 감소하다가 평균 결정립 크기가 40 μm 이상에서는 완만하게 감소하는 것을 볼 수 있다.

항복강도의 증가에 따른 연신율의 감소 정도를 Fig. 9에 나타내었다. 연신율은 항복강도의 증가에도 불구하고, 큰 감소없이 15~20%를 유지하고 있다. 이를 통해 결정립 미세화에 의한 항복강도 증가는 연신율에 급격한 감소를 야기시키지 않는다는 사실을 알 수 있다. 그러므로 β 상의 결정립 미세화는 연신율의 감소를 최소화하면서 β -Ti 합금의 강도를 증가시킬 수 있는 방법이라고 판단된다.

한편, 진응력-진변형률 곡선으로부터 항복변형률을 지

Fig. 9. Change in total elongation with yield stress in Ti-15-3 alloy with a β single phase.

Fig. 10. Strain hardening rate of a recrystallized specimen at 700°C for 5 min.

난 후 가공경화가 거의 일어나지 않음을 알 수 있다. 이를 자세하게 확인하기 위해, Fig. 10과 같이 700°C에서 5분간 재결정한 열처리 시편의 진응력-진변형률 곡선을 이용하여 가공 경화 속도-진변형률 곡선을 나타내 보았다. 항복 후 소성구간에서 가공 경화 속도가 급격히 감소하는 것을 확인할 수 있으며, 진변형률이 0.02 이상에서는 가공경화 속도가 거의 0에 가까운 것을 알 수 있다. 이를 통해 항복 후 가공경화가 거의 일어나지 않음을 확인할 수 있다. 따라서, 인장강도는 결정립 크기에 따른 항복강도 차이만큼 그대로 유지된다고 볼 수 있다.

대부분의 금속 재료는 응력을 받게 되면 전위의 증식이 일어나 전위밀도가 증가되고, 전위간의 상호작용으로 인해 전위의 활주가 어려워져 강도가 상승하는 가공경화가 일어난다. 그러나, β -Ti-15-3 합금에서는 위와 같은 가공경화가 매우 미미함을 알 수 있다 (Fig. 10). 그 이유에 대해 재결정 열처리 후에 이미 기지조직의 전위밀도가 아주 높아서 소성변형 중 추가적인 전위밀도의 증가가 어

Fig. 11. Transmission electron micrograph of a tensile specimen of Ti-15-3 alloy strained by 5% with a crosshead speed of 2 mm/min at room temperature. The specimen was annealed at 790°C for 3 min.

렵기 때문이라는 보고^{10,11)}가 있기는 하지만, 재결정 후에도 전위밀도가 높다는 것이 쉽게 수긍되기 어렵다. 더욱이 Fig. 11을 보면 5% 인장변형 한 시편에서도 전위밀도가 그다지 높지 않음을 알 수 있다. 이를 통해 인장 변형 전에 이미 전위밀도가 많아 인장 중 추가적인 전위밀도 증가가 어렵다는 설명은 명확한 해석이라고 보기 어렵다.

한편, 저탄소강 및 초세립 Cu, Al 합금들에서 동적 회복 (dynamic recovery) 현상으로 인해 가공경화가 거의 없는 것으로 보고되고 있다.^{12,13)} 동적 회복은 변형 중에 전위의 활주와 상승에 의해 전위가 소멸되는 현상으로, 소성변형 중에도 재료 내의 전위밀도가 낮아지게 된다. 최근에는 이러한 동적 회복 현상에 의해 상온에서 변형 중에도 가공연화가 일어난다고도 알려져 있다.¹⁴⁻¹⁶⁾

변형 중에 전위밀도의 변화는 다음과 같은 식으로 나타낼 수 있다.¹⁷⁾

$$\frac{d\rho}{dt} = \frac{\alpha \dot{\epsilon}}{b_d} - \frac{\rho}{\tau} \quad (1)$$

여기서, ρ 는 전위밀도, α 는 상수, $\dot{\epsilon}$ 는 변형속도, b 는 버거스 벡터, d 는 결정립 크기, τ 는 결정립내에 있는 전위가 결정립계로 이동하여 소멸되는데 필요한 시간이다. 동적 회복이 활발하게 일어날 경우, 전위밀도의 변화는 거의 없으므로, 식 (1)은 다음과 같이 간략히 표현될 수 있다.

$$\tau = \frac{\rho b d}{\alpha \dot{\epsilon}} \quad (2)$$

Fig. 12. Room-temperature tensile true stress-strain curves for UFGed Al with different strain rates: curve (A) 1×10^{-1} /s, curve (B) 1×10^2 /s, curve (C) 1×10^3 /s, curve (D) 1×10^4 /s, and curve (E) 5×10^5 /s.¹⁹⁾

식 (2)를 통해, τ 는 결정립 크기와 비례하며 변형속도와는 반비례한 것을 알 수 있다. 이는 전위의 자유 이동 거리 및 이동 속도와 연관이 있다. 만약 결정립이 조대하면 전위의 자유 이동 거리는 길어지게 되어, τ 가 증가하게 된다. 변형속도가 느리면 전위의 이동 속도가 느려지기 때문에,¹⁸⁾ τ 가 증가하게 된다. 초세립 Cu 합금의 경우 결정립 크기가 작기 때문에 변형 중에 전위가 소멸되는 시간이 짧아, 결정립계에 전위 축적이 적어 가공경화가 미미한 것이라고 판단된다. 본 실험의 경우에는 평균 결정립 크기가 수 십 μm 로 비교적 큰 결정립을 갖고 있지만, 변형속도는 2 mm/min로 초세립 Cu 합금의 인장 변형속도 (0.3 mm/min) 보다 약 7배 빠르다. 따라서, Ti-15-3 β 합금의 인장 중 가공경화가 낮은 이유를 동적 회복에 근간을 둔 식 (2)를 토대로 생각할 경우, 비교적 큰 결정립 크기를 갖고 있지만, 인장 변형 속도가 빠르기 때문에 변형 중에 동적 회복이 잘 일어난 것으로 생각된다. 인장 변형 속도가 늦어짐에 따라 동적 회복이 줄어들어 가공경화가 증가하는 현상은 초세립 Al 합금에서도 이미 확인된 바 있다.¹⁹⁾ (Fig. 12 참조).

4. 결 론

본 연구에서는 Ti-15-3 합금에서 β 상의 결정립 미세화를 위해 냉간압연량과 재결정 열처리 조건을 변화시켰고, 이에 따른 미세조직과 기계적 성질을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

재결정 열처리는 790°C에서 40분간 일정하게 하고, 냉간압연량을 달리한 경우, 냉간압연량이 증가할수록 결정립 크기는 작아지고, 최대 90%로 냉간압연한 경우에는 평균 결정립 크기가 약 67 μm 로 미세화되었다. 결정립

크기를 더욱 미세화하기 위해 냉간압연량을 90%로 일정하게 하고, 재결정 열처리 조건을 변화시킨 결과, 재결정 열처리 온도가 낮고, 시간이 짧을수록 결정립 크기가 미세화되어, 700°C에서 5분간 재결정 열처리한 경우 평균 결정립 크기가 19 μm 로 미세화되었다. 기계적 성질을 살펴보면 결정립 크기가 작아질수록 항복강도는 증가하였지만, 평균 결정립 크기가 40 μm 이상에서는 항복강도가 완만하게 감소하였다. 결정립 미세화로 인해 항복강도가 증가함에도 불구하고, 연신율은 급격한 감소없이 15~20%를 유지하였으며, 인장강도는 가공경화가 없기 때문에 항복강도와 거의 유사한 값을 갖는다. 가공경화가 없는 이유는 인장 변형 중 동적 회복 현상에 기인된 것으로 생각된다.

감사의 글

본 연구는 방위사업청과 국방과학연구소의 지원에 의해 수행되었습니다.

참 고 문 헌

1. M. E. Rosenblum, A. Shames and W. B. Treppel, *Beta Titanium Alloys in the 1980's*, ed., R. R. Boyer and H. W. Rosenberg, TMS-AIME, 307 (1983).
2. J.W. Lee, B.H. Lee, K.H. Lee and Y.D. Kim, *Korean Journal of Materials Research* **14**, 13 (2004).
3. M. Okada, *ISIJ Int.* **31**, 834 (1991).
4. T. Furuhashi, T. Maki and T. Makino, *J. Mater. Pro. Tech.* **117**, 318 (2001).
5. T. Furuhashi, *Met. Mater. Int.* **6**, 221 (2000).
6. C. Ouchi, H. Suenaga and Y. Kohsaka, in *Proceedings Sixth World Conference on Titanium*(Paris, France, 1989), ed., P. Lacombe et al., Les Editions de Physique, Paris, p.819.
7. H. Gleiter, *Prog. Mater. Sci.* **33**, 223 (1985).
8. R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev and I. V. Alexandrov, *Prog. Mater. Sci.* **45**, 103 (2005).
9. H. Gleiter, *Acta Mater.* **48**, 1 (2000).
10. R. W. Armstrong, *Metall. Trans* **1**, 1169 (1970).
11. S. J. Kim, B. H. Choe and M. Hagiwara, *J. Kor. Inst. Met. Mater.* **35**, 880 (1997).
12. Y. Wang, M. Chen, F. Zhou and E. Ma, *Nature* **419**, 912 (2002).
13. K. T. Park, S. Y. Han, D. H. Shin, Y. K. Lee, K. J. Lee and K. S. Lee, *ISIJ Inter.* **44**, 1057 (2004).
14. K. T. Park and D. H. Shin, *Metall. Mater. Trans. A*, **33A**, 705 (2002).
15. R. Z. Valiev, *Mater. Sci. Eng.* **A234-236**, 59 (1997).
16. D. G. Robertson and H. B. McShane, *Mater. Sci. Tech.* **13**, 575 (1997).
17. R. Z. Valiev, E. V. Kozlov, Yu. F. Ivanov, J. Lian, A. A. Nazarov and B. Baudelet, *Acta Metall. Mater.* **42**, 2467 (1993).
18. J. W. Christian, *Scripta Metall.* **4**, 803 (1970).
19. M. Wang and A. Shan, *J. Alloys Compd.*, **455**, 10 (2008).