

## 생체재료용 Ti-8Ta-3Nb 합금의 물성변화 고찰

이경원 \*, 반재삼, 유영선(전남대 대학원), 조규종(전남대 기계시스템공학부)

Study on the mechanical Properties of Ti-8Ta-3Nb Alloys for Biomaterials

K. W. Lee, J. S. Ban, Y. S. You (Mecha. Eng. Dept., CNU), K. Z. Cho(Mechanical Eng. Dept., CNU)

### ABSTRACT

Ti-8Ta-3Nb is made for biomaterial. The experimental specimens are as-cast Ti-8Ta-3Nb and Ti-8Ta-3Nb swaged. The solution treatment in the range 760-960°C have been carried out. The microstructural investigations have been carried out on the specimens after the solution treatment, and the hardness have been measured. And the specific heat and the dilatometer of Ti-8Ta-3Nb swaged have been measured. From the result, the  $\beta$  transus of the alloy was determined to be 880-860°C.

**Key Words :** Specific heat(비열),  $\beta$ -transus( $\beta$ -transus 온도), Ti alloy(티타늄 합금), Hardness(경도), Heat Treatment(열처리)

### 1. 서론

Ti 합금은 비강도, 내식성, 고온에서의 기계적 성질 및 파괴특성 등이 우수하여 항공 우주산업용 및 화학공업용 등의 재료로서 널리 사용되고 있다. 또한 Ti 합금은 생체적합성(biocompatibility)이 뛰어난 장점을 지니고 있고, 발암성 및 allergy 성이 있는 Ni 이온을 함유하고 있지 않는다는 점에서 현재 생체용 재료로서 주목을 받고 있다. 때포적인  $\alpha + \beta$  형 합금인 Ti-6Al-4V 합금은 Pure Ti 에 비해 인장강도가 높고, Ti 과 유사한 골유착(bioadhesion) 특성, 높은 비강도 및 우수한 내식성 때문에 생체재료로서 가장 널리 사용되어 왔으나, 최근 Al 과 V 의 생체 안정성에 대한 문제가 대두되고 있어<sup>[1-3]</sup> 이들을 대체하기 위한 신소재 개발이 절실히 요구됨에 따라 여러 분야에서 신소재 개발에 대한 연구들이 많이 진행되고 있다. Okazaki<sup>[4-5]</sup> 등은 Al, V 원소가 함유되지 않는 Ti-15Zr-4Nb-4Ta-0.2Pd-0.05N-0.20 과 Ti-15Sn-4Nb-2Ta-0.2Pd-0.20 합금 등을 개발하여 생체재료로서 적용 가능성에 대한 연구를 1990 년대 초부터 계속적으로 진행해 오고 있으며, Niinomi<sup>[6]</sup> 등은 V 원소의 세포독성을 이유로 제외시키고 Nb 을 첨가한

Ti-6Al-7Nb 를 비롯하여 많은 Biomedical Ti 합금의 물성치를 연구하였다. 의료용 소재들의 생체 안정성에 대한 연구 결과에 따르면 V, Co 등은 세포독성이 있는 재료 군으로 분류되고 있고, Mo, Al, Stainless steel, 316L 등은 금속 표면에 보호막을 형성하는 Capsule 재료 군에 속해있으며, Ti, Ti-alloy, Nb, Ta, Zr, Pt 등은 생체적합성이 매우 우수한 재료로 분류되어 이른바, Vatal 재료 군으로 분류 된다. 따라서 기존의 생체재료로서 많이 이용되고 있는 Cr-Co 나 SUS316L 등의 재료보다 생체적합성이 좋은 대체재료의 개발이 절실히 필요하게 되었다.<sup>[7-8]</sup>

따라서 본 연구에서는 이러한 생체재료의 개발에 대한 연구의 일환으로 Ti-6Al-4V 합금에서 생체적합성에 문제가 제기 되고 있는 원소인 Al 과 V 을 제외시키고 생체 적합성이 보다 유리한 Ta 와 Nb 를 조합하여 Ti-8Ta-3Nb 합금을 제조한 후, 제조된 합금의 각종 열적, 물리적 특성을 실험을 통하여 고찰 하고자 한다.

### 2. 실험방법

#### 2.1 시편제작

90wt% Ti 와 8wt% Ta, 3wt% Nb 를 비소모성 용해 방법으로 용해하여 작은 막대형태로 만들고, 이들을 접합하여 소모성 전극을 제조한 후 소모성 아크 용해 방법으로 제조하였다. 비소모성 아크로에서는 균일한 합금을 얻기 위하여 Ar 분위기하에서 반복 재용해를 실시하여 원통형 막대 형태로 제조하였다. 제조된 합금은 1050°C에서 24hr 동안 균질화 처리를 행하였다.

## 2.2 열처리

균질화 처리를 한 Ti-8Ta-3Nb 합금을 지름이 5mm 정도이고 길이가 6mm 정도인 원통모양의 시편으로 제작하였다. 또한 제조된 Ti-8Ta-3Nb 합금을 950°C에서 단조가공을 한 후 주조상태의 Ti-8Ta-3Nb 합금과 마찬가지로 균질화 처리를 한 후 동일한 크기의 시편을 제작하였다. 주조시편과 단조공정을 마친 시편에 대해 동일하게 용체화 처리를 실시하였다. 용체화 처리를 통해 경도변화와 온도에 따른 상분율의 변화,  $\beta$  transus 온도를 확인하였다. 용체화 처리는 760°C에서부터 20°C 간격으로 960°C 까지 온도를 증가시켜가며 1hr 씩 실시하였다. 그 후 시편은 수냉되었다. 용체화 처리를 행한 시편의 미세조직과 상분석을 위해 SEM BSE image 와 XRD 분석을 실시하였다. 그리고 기계적 특성을 평가하기 위해서 Rockwell(B) 경도를 측정하였다. 관찰 및 측정된 값들을 바탕으로 하여 최적의 용체화 온도를 결정하였다.

## 2.3 비열 및 길이변화 측정

비열측정은 단조공정을 거친 Ti-8Ta-3Nb 합금을 대상으로 하였으며 비열을 측정하기 위해 지름이 5mm 정도이고 높이가 0.5mm 정도인 원판모양의 시편을 제작하여 온도를 1200°C 까지 증가시켜가며 온도에 따른 비열을 측정하였다. 측정된 비열에 대해  $\beta$  transus 온도를 기준으로 이전 온도와 이후 온도에 따른 비열변화를 수식화 하였다.

길이변화 측정은 비열측정과 마찬가지로 단조공정을 거친 Ti-8Ta-3Nb 합금을 대상으로 하였으며 길이변화 측정을 하기 위해 지름이 3mm이고 길이가 10mm 인 사편을 제작하여 1100°C 까지 온도를 증가시켜가며 온도에 따른 길이변화를 확인하였다. 경도변화와 미세조직변화를 통해 확인된  $\beta$  transus 온도와 온도에 따른 길이변화가 어떤 관계에 있는지 확인할 수 있었다.

## 3. 실험결과 및 고찰

### 3.1 열처리결과

주조시편과 단조 가공된 시편을 760°C에서부터

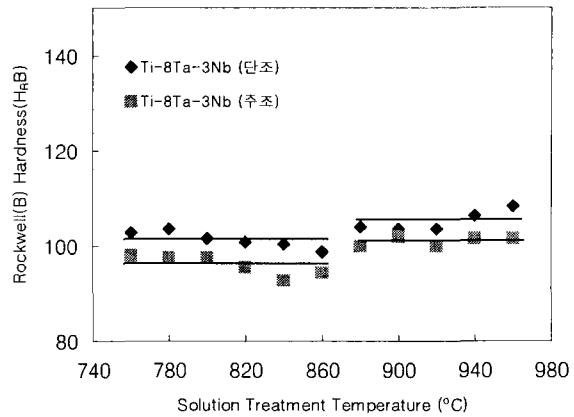


Fig. 1 Hardness test result after Solution Treatment

20°C 간격으로 960°C 까지 온도를 증가시켜가며 용체화 처리를 행한 후 Rockwell(B) 경도계를 이용하여 경도를 측정하였다. Fig. 1 은 Rockwell(B) 경도값의 변화를 보여주고 있다.

Fig. 1 에서 보는 바와 같이 경도값이 760°C에서 860°C 까지는 거의 일정한 경도값을 보이다가 880°C 부터는 경도값이 증가한 것을 볼 수 있다. 이러한 경향은 용체화 처리의 온도가 증가함에 따라서  $\beta$ 상의 분율이 증가하고 따라서 열처리후의 수냉 과정에서 생기는 martensite 의 양이 증가하기 때문이다<sup>9)</sup>.

또한 온도가 880°C 이상으로 증가함에 따라서는 일정한 값을 보이는데 이는 880°C 이상은  $\beta$  단상 영역이기 때문에 수냉시 생기는 martensite 의 양이 변화가 없기 때문이다.

경도값의 증가와 수렴하는 것으로부터 860°C 이상의 온도에서  $\beta$  transus 온도가 존재함을 예측할 수 있다.

또한 위 실험을 통하여 Ti-8Ta-3Nb 의 주조시편의 경우 단조시편에 비해 용체화 처리 후의 경도값이 더 높게 나타나는 것을 볼 수 있다. 그러나 880°C 를 기준으로 880°C 이상온도에서는 경도값이 동일하게 증가 했음을 알 수 있다. 따라서 Ti-8Ta-3Nb 합금의  $\beta$  transus 온도가 주조상태와 단조가공 상태에 관계가 없음을 알 수 있다.

Fig. 2 는 Ti-8Ta-3Nb 의 주조시편과 단조시편의  $\alpha$ 상 분율을 보여주고 있다. Fig. 2 를 통하여 단조시편의  $\alpha$ 상의 분율이 온도변화에 따라 주조시편의  $\alpha$ 상의 분율 보다 더 낮게 나타나고 있음을 볼 수 있다. 즉, 단조시편에  $\beta$ 상 분율이 더 많다는 것을 알 수 있다. 따라서 열처리후의 수냉 과정에서 생기는 martensite 의 양이 증가하기 때문에 단조

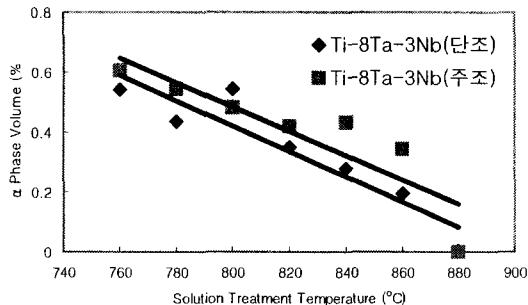


Fig. 2  $\alpha$  phase-approach curves for Ti-8Ta-3Nb

시편의 경도값이 주조시편의 경도값보다 더 높게 나타날 것이라는 것을 예측해 볼 수 있다.

Fig. 3,4는 Ti-8Ta-3Nb의 주조시편과 단조시편을 용체화 처리후 수냉 조직을 760-960°C의 온도 범위에서 20°C 간격으로 관찰한 SEM BSE image이다. 880°C에서 용체화처리한 경우의 미세조직은 이 합금의 경우 880°C가  $\beta$ 단상영역이기 때문에  $\alpha$ 상이 없는 martensite 조직을 보인다. 이러한 martensite 조직은 용체화처리후 수냉이  $\beta$ 상으로부터 변태되어 생성된 것이다. 880°C 이하  $\alpha+\beta$ 이상 영역에서의 용체화 처리시 온도가 높아짐에 따라  $\alpha$ 상의 분율이 감소하며 widmanstatten or acicular 형태를 가진  $\alpha$ 상이 적어지고 더 미세해지는 것을 볼 수 있다. 이는 온도가 내려갈 때  $\alpha$ 상이 더 미세해지는 현상을 나타내는 Ti-13Zr-13Nb<sup>4)</sup>과는 반대의 현상을 보여주고 있다.

Fig. 3,4의 조직사진을 통해 Ti-8Ta-3Nb 합금의  $\beta$  transus 온도가 860-880°C 사이에 있음을 알 수 있다. Ti-8Ta-3Nb 합금의 경도실험을 통해 알 수 있었던 것처럼 Ti-8Ta-3Nb 합금의  $\beta$  transus 온도가 주조시편과 단조시편에 있어서 동일함을 알 수 있다.

이상의 용체화 처리 결과상의 기계적 성질과  $\alpha$ 상의 분율, 모양을 종합적으로 고려하여 Ti-8Ta-3Nb 합금은 880°C를 최적의 용체화 처리 온도로 결정하였다.

### 3.2 비열 및 길이변화 측정결과

Fig. 5는 Ti-8Ta-3Nb 합금의  $\beta$  transus 온도이전 까지의 비열의 변화를 나타내 보여주고 Fig. 6은 Ti-8Ta-3Nb 합금의  $\beta$  transus 온도 이후 1200°C 까지의 비열의 변화를 보여주고 있다.

Fig. 5,6을 통해 비열의 변화가 Ti-8Ta-3Nb 합금의  $\beta$  transus 온도를 기준으로 2 단계 증가를 하고 있음을 알 수 있다. Ti-8Ta-3Nb 합금의  $\beta$

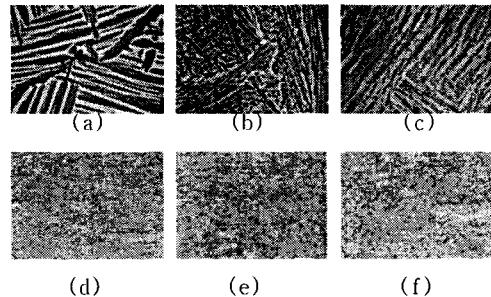


Fig. 3 SEM BSE image(X5000) of Ti-8Ta-3Nb(as-cast) after solution treatment at T (a) 760°C (b) 800°C (c) 840°C (d) 880°C (e) 920°C (f) 960°C

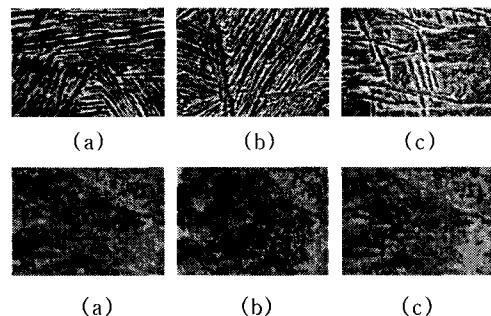


Fig. 4 SEM BSE image(X5000) of Ti-8Ta-3Nb(swaging) after solution treatment at T (a) 760°C (b) 800°C (c) 840°C (d) 880°C (e) 920°C (f) 960°C

transus 온도 이전의 비열의 변화와  $\beta$  transus 온도 이후의 비열의 변화를 수식화 하면 다음과 같다.

$$\begin{aligned} C_p = & -1E-15T^6 + 4E-12T^5 - 5E-09T^4 + 3E-06T^3 \\ & - 0.0012T^2 + 0.2057T - 13.988 \end{aligned} \quad (\alpha+\beta \text{ microstructure}) \quad (1)$$

$$\begin{aligned} C_p = & 2E-14T^6 - 1E-10T^5 + 4E-07T^4 - 0.0005T^3 \\ & + 0.4237T^2 - 181.72T + 32390 \end{aligned} \quad (\beta \text{ microstructure}) \quad (2)$$

Fig. 7은 Ti-8Ta-3Nb 합금을 1100°C 까지 증가시켜가며 길이변화를 측정한 결과이다.

길이변화 또한 비열의 변화처럼 Ti-8Ta-3Nb 합금의  $\beta$  transus 온도를 기준으로 2 단계 증가를 하고 있음을 알 수 있다.  $\beta$  transus 온도 부근에서 연성의 감소가 일어나는 것은  $\beta$ 상 분율이 증가로 인해 나타나는 현상이다.<sup>10)</sup>

### 4. 결론

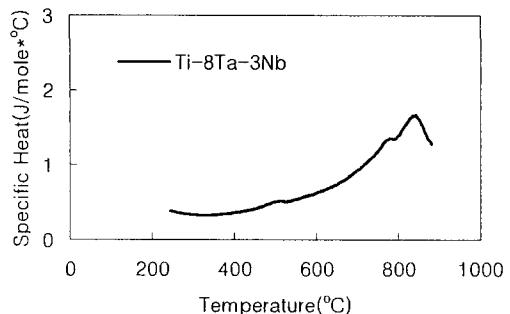


Fig. 5. Specific Heat of Ti-8Ta-3Nb alloys before  $T_\beta$

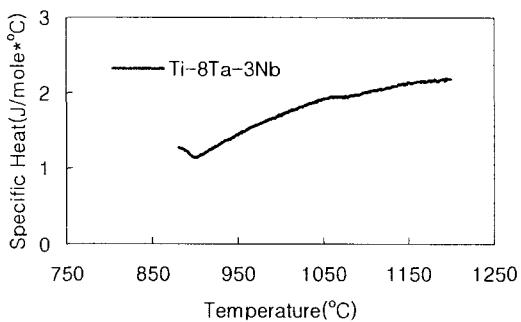


Fig. 6. Specific Heat of Ti-8Ta-3Nb alloys after  $T_\beta$

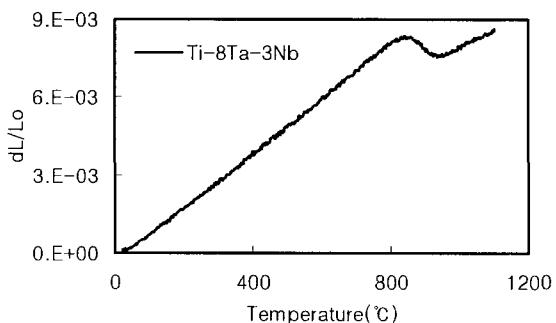


Fig. 7. The variation of dimension of Ti-8Ta-3Nb alloy upon temperature

Ti-8Ta-3Nb 합금을 제조한 후, 제조된 합금의 특성을 알아보기 위해 열처리와 열처리 후 온도에 따른 경도변화, 온도에 따른 비열 및 길이변화에 대한 실험을 하였다.

Ti-8Ta-3Nb 합금의 용체화 처리 결과상의 기계적 성질과  $\alpha$ 상의 분율, 조직을 종합적으로 고려하여 Ti-8Ta-3Nb 합금의 최적의 용체화 처리 온도를 880°C로 결정하였다. 또한 Ti-8Ta-3Nb 합금의  $\beta$  transus 온도가 860-880°C 사이에 있음을 알 수 있었다.

비열 및 길이변화 측정 결과 비열과 길이변화

가 Ti-8Ta-3Nb 합금의  $\beta$  transus 온도를 기준으로 2 단계 증가하고 있음을 알 수 있었다.  $\beta$  transus 온도를 기준으로 이전과 이후의 비열의 변화를 수식화 했다.  $\beta$ 의 분율이 비열과 길이변화에 영향을 주고 있음을 알 수 있었다.

## 참고문헌

- Gail V. W. Johnson and Richard S. Jope, "Aluminum impairs glucose utilization and cholinergic activity in rat brain *in vitro*", Toxicology, Vol 40, Issue 1, , pp. 93-102. July 1986.
- A. Lione. "The prophylactic reduction of aluminium intake", Food and Chemical Toxicology, Vol 21, Issue 1, , pp.103-109, February 1983.
- S. K. Agarwal, L. Ayyash, C. S. Gourley, J. Levy, K. Faber and C. L. Hughes Jr., "Evaluation of the Developmental Neuroendocrine and Reproductive Toxicology of Aluminium", Food and Chemical Toxicology, Vol 34, Issue 1, , pp. 49-53. 1996.
- Y. Okazaki, Y. Ito, K. Kyo and T. Tateishi, "Corrosion resistance and corrosion fatigue strength of new titanium alloys for medical implants without V and Al", Materials Science and Engineering A, Vol 213, Issues 1-2, pp. 138-147. 1996.
- S. Rao, Y. Okazaki, T. Tateishi, T. Ushida and Y. Ito, "Cytocompatibility of new Ti alloy without Al and V by evaluating the relative growth ratios of fibroblasts L929 and osteoblasts MC3T3-E1 cells", Materials Science and Engineering: C, Vol. 4, Issue 4, 1997, pp. 311-314 .
- Mitsuo Niinom, "Mechanical properties of biomedical titanium alloys", Materials Science and Engineering A, Vol 243, Issues 1-2, pp. 231-236. 1998.
- K. Bordji, J.Y. Jouzeau et al "Cytocompatibility of Ti-6Al-4V and Ti-5Al-2.5Fe alloys according to three surface treatments, using human fibroblasts and osteoblasts", Biomaterials, Vol. 17, No.9. pp. 929-940, 1996.
- Evans Ej, Thomas IT. "The *in vitro* toxicity of cobalt-chrome-molybdenum alloy and its constituent metals". Biomaterials Vol. 7, pp. 25-29. 1986.
- Min Seok O. "Study on High Temperature Deformation Behavior of Ti-6Zr-6Nb-6Sn alloy," M.S. thesis in KIST, 1997.
- Y.V.R.K. Prasad, T.Seshacharyulu, "Processing maps for hot working of titanium alloys," Materials Science and Engineering A243, pp. 82-88, 1998.