

금속분말 사출성형된 Ti-6Al-4V 합금의 미세조직 및 기계적 물성

김민준¹ · 백승훈¹ · 윤동근¹ · 이은혜² · 김종하² · 고영건^{1, #}

Microstructure and Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Alloy Processed by Metal Injection Molding

M. J. Kim, S. H. Baek, D. K. Yoon, E. H. Lee, J. H. Kim, Y. G. Ko

(Received July 15, 2020 / Revised August 26, 2020 / Accepted September 7, 2020)

Abstract

The purpose of this study is to investigate the effect of sintering condition on the microstructure evolution and tensile properties of the Ti-6Al-4V alloy sample processed by metal injection molding (MIM) in terms of the sizes of the alpha morphology and pore found in the matrix. For this purpose, a series of MIM were conducted on this sample at various sintering temperatures ranging from 1173 to 1373 K for three hours followed by furnace cooling, observed by the scanning electron microscopy. The microstructures sintered in this study showed that, with increasing sintering temperature over beta transus temperature, the transformation of the equiaxed alpha into transformed beta was attained while the size of pores would tend to decrease. Thus, the strength remained unchanged significantly in the tension while ductility increased to some extent as sintering temperature increased. Such mechanical behavior would be explained in relation to the microstructure evolution of the Ti-6Al-4V sample via the MIM.

Keywords: Ti-6Al-4V alloy, metal injection molding, sintering, microstructure, mechanical properties

1. 서 론

이상(duplex) 타이타늄 합금은 첨단 수송기기 산업 분야에서 연비효율 증대 및 환경 유해물질 배출을 저감시키기 위한 목적으로 적용되는 대표적인 구조용 경량소재로 알려져 있다. 이에, 본 소재의 기계적 물성을 향상시키기 위해 미세조직 변화에 대한 다양한 연구들이 진행되고 있다[1,2]. 특히, 본 연구의 대상재인 Ti-6Al-4V 합금은 알파상을 강화한 Ti-Al계 합금에 일반적인 베타상 안정화 원소인 마나듐을 첨가함으로써 고용강화 및 열처리 효과가 극대화된 소재이기 때문에 열처리 조건에 따라 등축, 층상 혹은 이들이 혼재된 이중조직(bimodal) 등 다양

한 미세조직을 유도할 수 있다.

일반적으로 최종 소재부품의 형상은 복잡하기 때문에 기존 용접 및 소성가공법에 비해 상대적으로 생산성과 구조적 신뢰성을 향상시킬 수 있는 방법으로 금속분말 사출성형(metal injection molding, MIM) 법에 관한 산업적 연구가 이루어지고 있다[3~5]. 본 성형법은 분말야금 및 플라스틱 사출성형의 장점을 효율적으로 통합한 공정으로 금속 미분에 고분자 바인더를 혼합하여 피드스탁(feedstock)을 제조한 후 탈지-소결 공정을 통해 자유형상 제조가 가능하면서 상대밀도 95% 이상 고밀도화 달성이 가능하다.

우선, 타이타늄 합금은 대기상 기체들과 반응성이 매우 높아 이를 통한 국부 미세조직 형성 및 표면 알파 확산층(alpha-scale)이 발생함으로써 기계적 취성이 발생할 수 있어 통상적으로 고온에서 수행되

1. 영남대학교 신소재공학부

2. 계림금속(주)

Corresponding Author: Yeungnam University

E-mail: younggun@ynu.ac.kr

ORCID: 0000-0002-0172-4700

는 소결공정 시 분위기 제어는 필수적이다[6]. 하지만 아쉽게도 현재까지 고진공(10^{-5} torr) 조건에서 건전한 분말소재를 제어한 산업 연구 사례는 비교적 적다. 한편, MIM 소결 후 기공 크기와 기공 분율은 소결조건과 밀접한 관계가 있는데, 소결온도가 높을수록 미세기공의 확산이 소결체 밖으로 촉진되어 이론밀도 값에 가까워진다고 보고된 바가 있다[7]. 하지만 현재까지 연구에서는 소결 후 미세기공의 변화에 대한 다양한 연구결과들이 보고되고 있는데 비해 베타 변태점 근처에서 소결 온도조건이 기계적 특성에 미치는 영향에 관한 연구결과는 보고된 바 없다.

타이타늄 합금의 MIM 공정 시, 기계적 물성에 미치는 미세조직학적 인자, 즉 미세기공 및 알파상 형상(morphologies), 역할을 살펴보기 위해 본 연구에서는 동일한 소결 시간 조건에서 최종 미세조직에 미치는 소결 온도를 베타 변태점을 기준으로 3가지로 제어하고 이를 바탕으로 미세조직 및 기계적 물성의 상관관계를 살펴보고자 한다.

2. 실험 방법

본 연구에서는 캐나다 AP&C에서 제조된 Ti-6Al-4V 합금 분말을 사용하였다. Fig. 1(a)는 본 연구에서 사용된 분말 형상 및 크기로 구형상을 갖는 분말 조성은 중량비 88.7 % 타이타늄, 6.1 % 알루미늄, 4.0 % 바나듐, 1.2 % 기타원소로 이루어져 있고 그 평균 크기는 범위는 약 $11 \mu\text{m}$ 이며 밀도는 $4.1 \sim 4.3 \text{ g/cm}^3$ 이다. 화학적 결합체로는 다성분계 결합체인 왁스와 고분자계 결합체를 사용하여 혼합한 후 계림금속(주)이 보유한 사출성형기를 사용하여 길이 110, 폭 40, 그리고 두께 4 mm 판형상 시편으로 사출하였다. 사출된 화학적 결합체를 제거하기 위해 Fig. 1(b)와 같이 질산에서 383 K 온도에서 3시간 동안 화학적 탈지를 수행하였고 이후 잔존하는 고분자계 결합체를 제거하기 위해 873 K에서 2시간 동안 열적 탈지를 수행하였다. 이 후, 분당 2 K 속도로 승온하여 1173, 1273, 그리고 1373 K에서 3시간 동안 고온 소결을 수행하였다. 기체 반응성이 높은 타이타늄 합금의 건전한 소재를 제조하기 위해 탈지 및 소결은

연속적으로 고진공(10^{-5} torr 이하) 분위기에서 수행하였으며 더불어 시편 주변에 화학적 반응 억제제인 TiH_2 분말을 Fig. 2와 같이 배치하였다.

소결 후 시편을 마운팅하여 300, 800, 1200, 2400번 사포로 기계적 폴리싱 후 다이아몬드 서스펜션을 이용하여 최종 폴리싱을 수행하였다. 미세조직을 관찰하기 위해 증류수 85 %, 불산 10 %, 그리고 질산

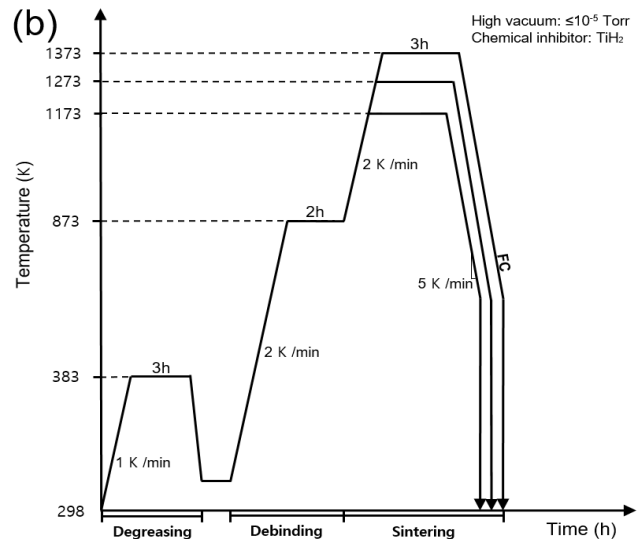
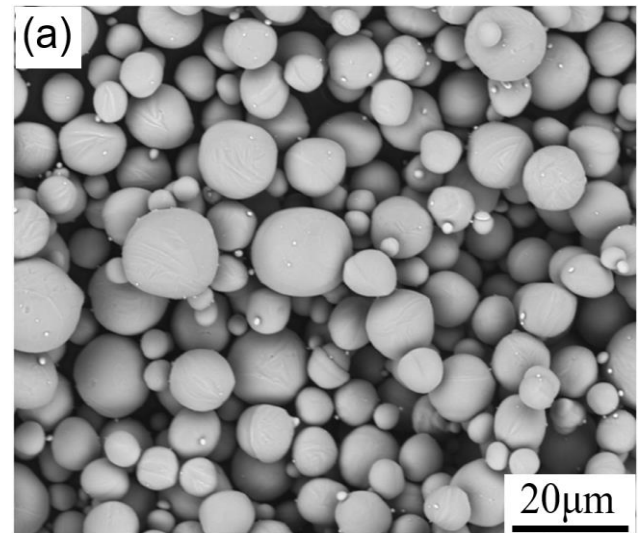


Fig. 1 (a) Representative SEM image of Ti-6Al-4V alloy powders and (b) thermal history of degreasing, thermal debinding, and sintering used for the present MIM

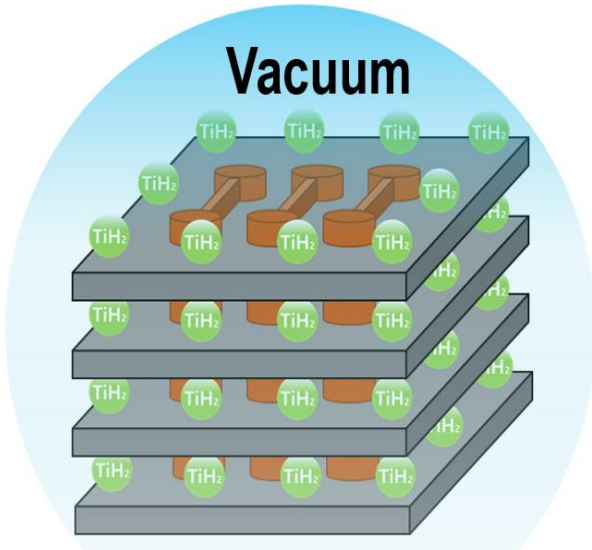


Fig. 2 Position of Ti-6Al-4V feedstock and TiH₂ to prevent the oxidation during MIM at high-temperature

5 % 혼합용액에서 3초 동안 부식하고 주사전자현미경(scanning electron microscope, SEM) 관찰을 통해 미세조직 형태와 소결 후 시편 내부에 존재하는 기공 크기 및 분율을 영상 분석기로 측정하였다. 또한, 기계적 물성 평가를 위해 온도 조건별 인장 시험기를 이용하여 기계적 강도와 연성을 관찰하였고 비커스 경도계를 이용하여 미세 경도값을 측정하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

3.1 미세조직의 거동 변화

Fig. 3은 세가지 다른 소결온도에 따른 Ti-6Al-4V 소재의 미세조직이다. 미세조직은 층상과 등축정 형태로 이루어져 있으며 다수의 미세 기공들이 관찰되었다. 영상분석기를 통해 분석한 미세조직학적 결과를 표 1에 나타내었다. 일반적으로 Ti-6Al-4V의 소재인 경우 소결온도가 증가함에 따라 층상 조직으로 형성되고 온도가 감소하면 등축정 형태로 형성된다고 알려져 있다[8]. 1173 K와 1273 K를 비교하였을 때 층상 형태의 분율이 증가하는 것을 볼 수 있고 1273 K에서는 층상과 등축정 형태가 혼재되

어 있는 것을 볼 수 있다(Fig. 3(a), (b)). 소결을 1373 K에서 수행한 경우 Fig. 3(c)에서 보이는 바와 같이, 두 조건에 비해 급격한 층상 형태의 조직이 형성된 것을 볼 수 있다. 소결공정 시 온도와 시간의 영향에 따라 알파 층상들 사이에 얇은 박막 형태의 베타 상들이 분포된다. 베타 상의 박막은 균열 억제 역할을 하는 미세조직으로 형성 할 수 있다. 최근 다른 연구결과에 의하면, Ti-6Al-4V 합금이 1173 K 이상의 온도에서 소결할 경우 층상 결정립의 베타 상 박막이 두꺼워지므로 균열억제제인 미세조직이 형성된다[9]. 표 1에 층상 결정립 두께의 결과를 제시 하였다. 1273 K에서 두께는 약 0.56 μm 이고 1373 K에서는 두께가 0.90 μm 로 증가 한 것을 볼 수 있다. 따라서 1373 K 온도조건에서 층상 결정립의 박막이 두꺼워지므로 미세조직의 균열 억제제 역할을 할 수 있는 것으로 판단된다.

소결 후 미세 기공 형성과 관련하여, 1373 K의 소결 조건에서 기공률은 약 5 %이며 본 실험조건에서 가장 높은 소결밀도 값을 나타내었다(Fig. 3(c)). 소결 시 기공 형성은 확산 현상과 밀접한 연관성을 갖는데 대표적인 확산기구로는 표면확산(surface diffusion), 격자확산(lattice diffusion), 입계확산(grain boundary diffusion) 등이 있다. 표면확산은 개별 금속분말 사이의 결합을 설명하는 확산기구로 소결초기 과정의 분말 표면에서 원자들의 이동으로 인해 연결되는 부분이 발생하면서 이들이 점차 성장하는 현상이다. 이에 격자 및 입계확산은 소결체 치밀도에 영향을 미친다고 알려져 있다. 보통 확산은 온도가 증가함에 따라 증가한다. 따라서 본 연구는 기공 및 결합이 알파 등축정 형태에서 베타 결정립이 발생하는데 온도를 증가함으로 원소가 확산되면서 기공의 지름이 줄어들고 등축정 형태가 작은 조각들로 깨어지면서 층상 형태의 미세조직을 형성하기 때문에 기공률이 감소하는 것으로 생각된다. 이러한 기공률 결과를 미세 기공의 형상을 고려하여 간접적으로 설명 할 수 있다. 일반적으로 소결체 내부에 존재하는 미세 기공의 종류는 그 형상에 따라 다수 미세 기공들이 결합되어 자유형상을 지닌 기공, 개별적으로 존재하며 비교적 구형에 가까운 형상을 지닌 기공, 중간 형태를 갖는 기공으로 나뉘어 진다. 다른 연구결과로는 기공률이 3 ~ 5 % 정도일 경우 미세기

공은 대부분이 구형 형상을 지니고 있으며, 기공률이 15 ~ 20 % 이상일 경우 기공들이 서로 결합한 기공의 형태가 형성 되는 것으로 알려져 있다[10,11].

Fig. 3(d), (e), (f)에서 미세조직형태의 결과 제시하고 있으며, 기공률이 15 ~ 20 % 이상일 경우 기공들이 서로 결합한 기공의 형태가 형성 되는 것으로

Table 1 Details of microstructure in the present samples with respect to sintering temperature

temperature (K)	volume fraction (%)			average size or thickness (μm)	
	lamellar	equiaxed	micro-pore	lamellar	micro-pore
1173	0	70 \pm 2	30 \pm 2	-	43 \pm 4
1273	30 \pm 6	55 \pm 3	15 \pm 3	0.5 \pm 0.1	17 \pm 2
1373	93 \pm 2	2 \pm 0.5	5 \pm 1	0.9 \pm 0.2	5.7 \pm 1

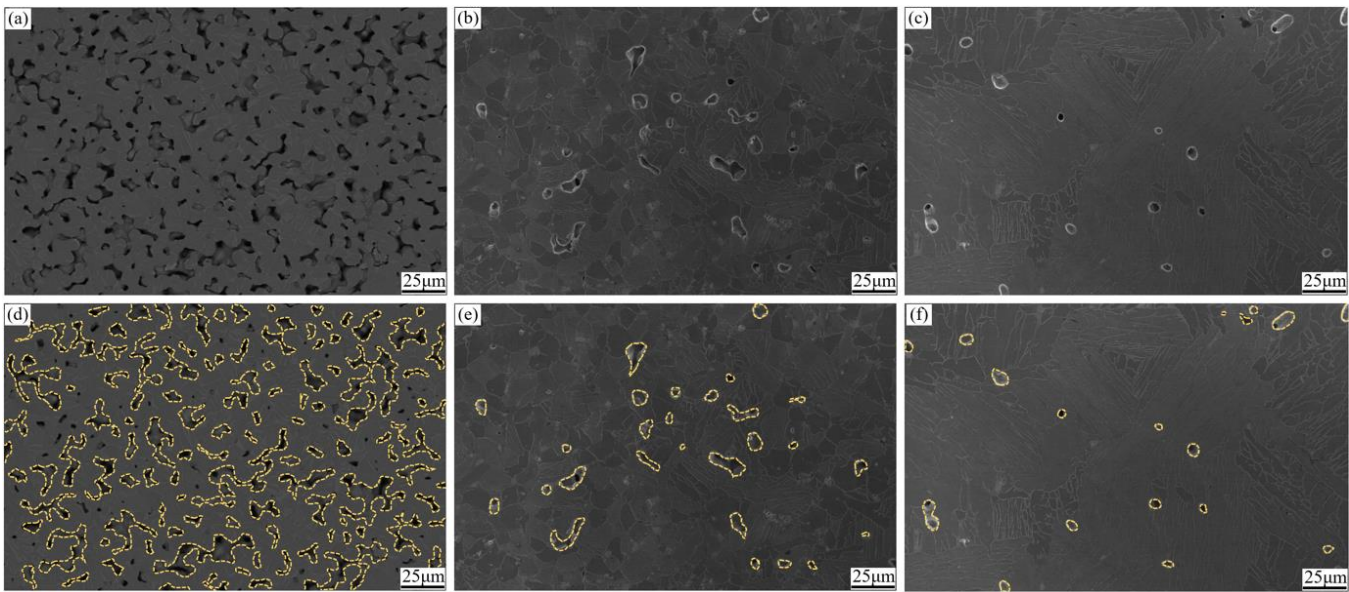


Fig. 3 Sintered microstructures of the present samples processed at sintering temperatures of (a) and (d) 1173, (b) and 1273, and (c) and (f) 1373 K. Yellow line indicates the border of micro-pores present in the matrix

알려져 있다[10,11].

Fig. 3(d), (e), (f)에서 미세조직형태의 결과를 제시하였다. 1173 K 경우 기공이 결합되어 있는 것을 볼 수 있지만 1373 K에서는 기공은 구형 형태로 되어 있는 것을 볼 수 있다. 따라서 본 연구에서는 고온소결을 1373 K에서 수행하였을 경우 층상 미세조직의 층상 결정립 간격이 넓어졌고 주로 구형 기공으로 발달되었으며 이때 기공률은 다른 온도에 비해 가장 낮았다.

3.2. 기계적 물성

Fig. 4에서 금속분말 사출성형된 Ti-6Al-4V 합금의 세가지 소결온도에 따른 미세조직과 기계적물성의 상관관계를 규명하기 위해 기공의 분포도, 크기, 형태와 층상 결정립의 두께에 따른 경도 값에 대한 2차원 분율을 보여주고 있으며, Fig. 4(a), (b), (c)에서 1173 K의 경도 값은 170 HV으로 나타난 것에 비해 1373 K에서 경도 값은 450 HV으로 약 2.6 배 이상의 경도 값이 증가하는 것을 볼 수 있다.

그리고 Fig. 4에서 기공의 분포도, 크기와 층상 결정립의 두께에 따른 강도와 연성, 경도값의 온도에 따른 데이터를 보여주고 있다. Fig. 4(d), (e), (f)에서는 1173 K의 강도가 550 MPa, 연신율은 0.3 %로 나타난

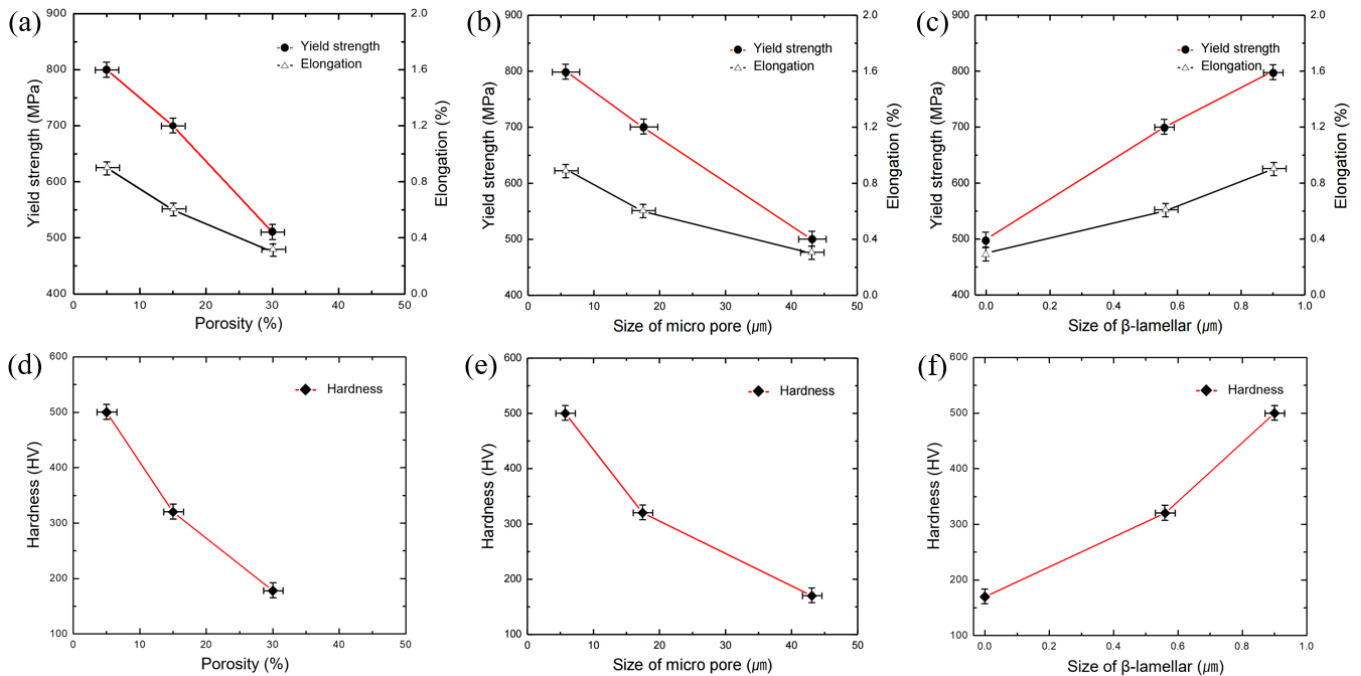


Fig. 4 (a)-(f) The relationship between mechanical results and microstructural variables of the present samples

것에 비해 1373 K 에서 강도는 800 MPa, 연신율은 0.9 %로 강도 값이 증가하는 것을 볼 수 있고 연신율은 미세조직형태학적으로 층상 형태를 유지하고 있어 연신율이 낮으므로 1173 K와 비슷한 것을 볼 수 있다. 강도와 연신율, 경도 값은 본 연구결과에서 언급한 기공의 분포도, 크기, 형태와 층상 결정립의 두께와 밀접한 관련이 있는 것으로 판단된다. 금속분말사출성형을 통한 Ti-6Al-4V 합금의 기계적 물성을 미세조직 형태의 두께와 기공의 분포도, 크기, 형태로 소결체의 미세조직에 많이 의존하는데 이에 관한 추가적인 향후 연구가 필요하다.

4. 결론

본 연구에서는 금속분말 사출성형된 Ti-6Al-4V 합금의 소결 온도에 따른 미세조직 변화 및 이에 따른 기계적 물성 변화에 대해 살펴보았다. 이를 위해 베타 변태점 부근 1173, 1273, 그리고 1373 K 에서 고온 소결하였다. 우선, 소결 온도가 증가함에 따라

전반적인 알파상 형상은 등축에서 층상 형태로 발달하였으며 변태 이상의 고온 조건에 의해 대부분 기공이 소결체 밖으로 확산되어 평균 기공율은 효율적으로 감소하여 상대밀도 약 95 %에 도달하는 결과를 얻었다.

비록 등축 형태가 층상 형태에 비해 상대적으로 기계적 물성에 효율적으로 알려져 있으나 본 연구결과에 의하면 알파상 형상 변화 효과보다는 미세 기공 크기 및 분율이 기계적 물성 변화에 더 큰 영향을 주었다.

후 기

본 연구는 경상북도 경제진흥원 소재부품개발 산학연기술융합지원사업(2019-NOV-I-U-I-C-5) 및 산업통상자원부 ‘산업전문인력역량강화사업’의 재원으로 한국산업기술포진원(P0002019)의 지원으로 수행하였기에 이에 감사드립니다.

REFERENCE

- [1] M. Peters, J. Hemptenmacher, J. Kurmpfert, C. Leyens, 2005, Structure and properties of titanium and titanium alloys, *Titanium and Titanium Alloys*, 1-36. <https://doi.org/10.1002/3527602119.ch1>.
- [2] S. Abkowits, D. Rowell, 1986, Superior fatigue properties for blended elemental P/M Ti-6Al-4V, *J. Metals*, 36-39. <https://doi.org/10.1007/BF03257786>.
- [3] S. Husein, J. H. Park, D.Y. Choi, Y.G. Ko, 2014, Influence of sintering temperature on microstructure and mechanical properties of Fe-2Ni-2Cu alloy processed by metal Injection moulding, *Mater. Res. Innovations* 18, 2, 633-637. <https://doi.org/10.1179/1432891714Z.000000000542>.
- [4] S. Husein, H. W. Yang, Y. G. Kim, Y. G. Ko, 2014, Effect of Cu addition on microstructure and mechanical properties of Fe-2wt-%Ni alloy processed by metal injection moulding, *Mater. Res. Innovations* 18, 629-632. <https://doi.org/10.1179/1432891714Z.000000000541>.
- [5] F. H. Froes, D. Eylon, 1985, Powder metallurgy of titanium alloys-a review, *Present status and Future Trend* 49-59.
- [6] G. Shibo, Q. Xuanhui, H. Xinbo, Z. Ting, D. Bohua, 2006, Powder injection molding of Ti-6Al-4V alloy, *J. Mater. Process. Technol.* 173, 310-314. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2005.12.001>.
- [7] J.-M. Oh, K.-H. Heo, W.-B. Kim, G.-S. Choi, J.-W. Lim, 2013, Sintering Properties of Ti-6Al-4V Alloys Prepared Using Ti/TiH₂ Powders, *Express Regular Article*, 54, 1, 119-121. <https://doi.org/10.2320/matertrans/M2012304>.
- [8] E. Ergui, H. Ozkan gulsoy, V. Gunay, 2009, Effect of sintering parameters on mechanical properties of injection moulded Ti-6Al-4V alloys, *Powder Metall.* 52, 1, 65-71. <https://doi.org/10.1179/174329008X271691>.
- [9] M. villa, J.W. brooks, R.P. turner, H. wang, F. boitout, R. M ward, 2019, Microstructural Modeling $\alpha+\beta$ Phase in Ti-6Al-4V: A Diffusion-Based Approach, *Metall. Mater. Trans. B* 50, 2898-2911. <https://doi.org/10.1007/s11663-019-01675-0>.
- [10] O. M. Ferri, T. Ebel, R. Rormann, 2010, Influence of surface quality and porosity on fatigue behavior of Ti-6Al-4V components processed by MIM, *Mater. Sci. Eng., A* 527, 1800-1805. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.11.007>.