

## 2 상 $Ti_3Al-xNb$ 계 금속간 화합물들의 초소성 특성에 미치는 상분율의 영향

김지식\*

(2002년 4월 26일 접수)

### Effects of $\alpha_2/\beta$ Volume Fraction on the Superplastic Deformation Behavior of two Phase $Ti_3Al-xNb$ Intermetallics

Ji Sik Kim

#### Abstract

A study has been made to investigate the boundary sliding and its accommodation mode with respect to the variation of  $\alpha_2/\beta$  volume fraction during superplastic deformation of two-phase  $Ti_3Al-xNb$  intermetallics. Step strain rate and load relaxation tests have been performed at 950, 970 and 990°C to obtain the flow stress curves and to analyze the deformation characteristics by the theory of inelastic deformation. The results show that the grain matrix deformation and boundary sliding of the three intermetallics containing 21, 50 and 77% in  $\beta$  volume fractions are well described by the plastic deformation and viscous flow equations. Due to the equal accommodation of both  $\alpha_2$  and  $\beta$  phases, the accommodation modes for fine-grained materials are in good agreement with the iso-strain rate models. The sliding resistance analyzed for the different boundaries is the lowest in the  $\alpha_2/\alpha_2$  boundary, and increases in the order of  $\alpha_2/\alpha_2 \ll \alpha_2/\beta = \beta/\beta$ , which plays an important role in controlling the superplasticity of the alloys with the various  $\alpha_2/\beta$  phase ratio.

**Key Words** : Superplasticity, Two-Phase, Intermetallics,  $Ti_3Al$ , Grain/Phase Boundary Sliding Mode, Accomodation Mode, Iso-Strain Rate Model

#### 1. 서론

최근 항공 내열재료의 경량화 및 고기능화 추세에 따라 차세대 항공 재료로서 고온에서의 우수한 기계적 성질과 산화저항성 및 경량성을 동시에 겸비한 보다 향상된 고온

특성을 지닌 재료가 요구되고 있다. 현재 이와같은 조건을 만족할 수 있는 대체재료로서 저비중, 내열성 및 내산화성 특징을 지닌 Ti 계 금속간 화합물이 주목되고 있다. 그러나 금속간 화합물의 특성상 상온연성이 부족하고 가공성이 열악한 단점으로 인하여 실제 항공 산업에 있어서의

\* 상주대학교 신소재공학과

상업적인 응용은 이루어지지 못하여 왔다. 따라서 이러한 문제점들을 개선하기 위하여 합금설계를 통하여 상온연성 개선합금의 개발이 활발하게 이루어져 왔으며, 그 결과 Nb, Mo, V 등의  $\beta$  안정화 원소를 첨가하여  $\beta$  상을 상온까지 안정화 시킴으로써 상온연성을 증가시킨  $\alpha_2 + \beta$  형  $Ti_3Al$  계 2 상 합금들(regular  $\alpha_2$  및 super  $\alpha_2$ )이 개발되었다.<sup>(1~2)</sup>

상술한 합금첨가에 더하여 최근에는  $Ti_3Al$  계 합금들의 난 가공성 특성을 극복하기 위하여, 복잡 형상품의 가공기술 공정으로 널리 이용되고 있는 초소성 성형 및 확산접합 공정에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다.<sup>(1~13)</sup> 그러나 초소성 특성에 매우 민감한 영향을 미치는 미세 조직들의 영향이 아직 체계적으로 완전히 밝혀지지 않은 상태에 있다. 특히  $Ti_3Al$  계 2 상 합금들의 경우 여타 2 상 Ti 합금과는 달리 매우 낮은  $\beta$  상분율에서 최적 초소성 특성을 보이고 있으나 이에 대한 명확한 이해나 근거를 제시하지 못하고 있다.<sup>(1,9,10)</sup>

따라서 본 연구에서는  $Ti_3Al$  계 금속간 화합물의 미세 조직 특성 중 가장 중요한 상분율 변화에 따른 초소성 특성을 정성 및 정량적으로 조사하고, 낮은 상분율에서의 최적 초소성 특성이 나타나는 원인을 규명하고자 하였다. 이를 위하여  $\beta$  안정화 원소로서 Nb 만이 첨가된 비교적 단순한 regular  $\alpha_2$  합금을 중심으로 Al 및 Nb 의 함량을 조절하여 최적 초소성 온도구간에서 서로다른 상분율을 포함하는 합금들을 제조한 후, 각 합금에서의 상분율 변화에 따른 초소성 특성 변화를 평가하고 그 결과를 비탄성 변형이론을 이용하여 계면 미끄러짐 및 수송기구의 측면에서 비교 분석하였다.<sup>(14)</sup>

## 2. 비탄성 변형이론

Fig. 1 에 최근에 제안된 비탄성 변형이론<sup>(14)</sup>에 의한 결정립내 변형(Grain Matrix Deformation, GMD) 및 결정립계 미끄러짐(Grain Boundary Sliding, GBS)의 간단한 유변학적 모델을 도출하였다. 이 모델에 따르면 결정립계 미끄러짐( $g$ )이 전위거동에 의한 결정립내 소성변형( $\dot{\alpha}$ ) 및 내부변형( $\dot{a}$ ) 즉 결정립내 변형에 의해 수용됨을 알 수 있다.

이러한 결정립내 미끄러짐 및 이에 따른 결정립내의 전위집적, 입계를 통한 전위방출 과정은 아래와 같은 응력 관계식 및 기구학적 관계식으로 표현될 수 있다.<sup>(14)</sup>

$$\sigma = \sigma^I + \sigma^F \quad (1)$$

$$\dot{\epsilon} = \dot{a} + \dot{\alpha} + \dot{g} \quad (2)$$

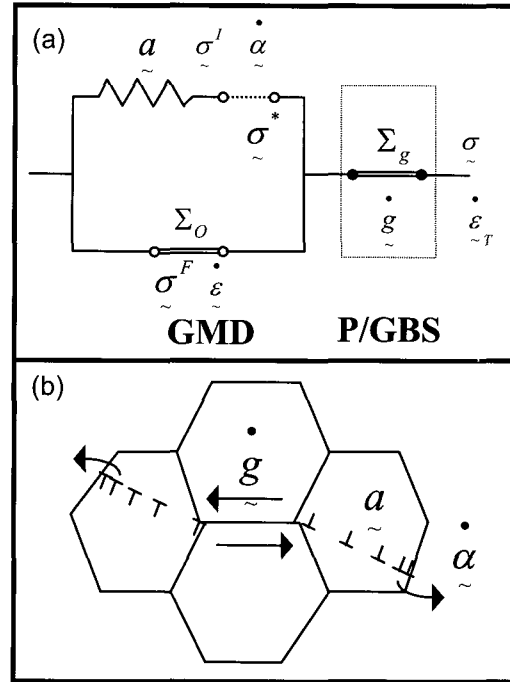


Fig. 1 An internal variable model<sup>(14)</sup> for describing the structural superplasticity. (a) a rheological model and (b) a topological model

윗 식의 내부응력 변수  $\sigma^I$  와  $\sigma^F$ 는 소성변형시 발생하는 전위의 활주에 필요한 응력으로서,  $\sigma^I$ 는 집적된 전위들간의 상호작용 응력을 말하며  $\sigma^F$ 는 전위와 결정격자 및 전자 등의 상호작용으로 발생하게 되는 마찰응력을 의미한다. 그러나 재료의 변형온도가 상승하게 되면 마찰응력  $\sigma^F$ 는 전위간 상호작용응력  $\sigma^I$ 에 비하여 상대적으로 매우 작은 값을 가지게 되며, 특히 재료의 변형이 정상상태에 도달될 경우 전위집적에 의한 결정립내 변형속도  $\dot{a}$ 는 무시할 수 있게 된다. 따라서 재료의 고온변형거동 구성방정식은 Fig. 1 의  $\dot{g}$  및  $\dot{\alpha}$  만으로 기술이 가능하게 되어 결정립내 변형의 구성방정식은 다음의 식 (3), (4) 로 단순화될 수 있다.

$$(\sigma^*/\sigma^I) = \exp(\dot{\alpha}^*/\dot{\alpha})^p \quad (3)$$

$$\dot{\alpha}^* = f^I (\sigma^*/\mu)^{n^I} \exp(-Q^I/RT) \quad (4)$$

p: material constant

$f^I$ : jump frequency

$\sigma^*$ : internal shear strength variable

$Q^I$ : activation energy for GMD

$\dot{\alpha}^*$ : conjugate reference strain rate of  $\sigma^*$

$n^I$ : internal modulus

$\mu$ : internal shear modulus  
 R: gas constant

이와 더불어 결정립계 미끄러짐 현상은 전위들이 격자 사이를 지나갈 때의 점성유동과 근본적으로 유사하다고 볼 수 있으며, 결과적으로 결정립계 미끄러짐의 구성 방정식은 지수 관계(power law relation)의 아래 식(5), (6)과 같은 형태를 띠게 된다.

$$(\dot{\epsilon}^*/\dot{\epsilon}_0) = (\sigma/\Sigma_g - 1)^{1/M_g} \quad (5)$$

$$\dot{\epsilon}_0 = f^g (\Sigma_g/\mu)^{n^g} \exp(-Q^g/RT) \quad (6)$$

$M_g$ : material constant

$\Sigma_g$ : static friction stress

$Q^g$ : activation energy for GBS

$f^g$ : jump frequency

$\dot{\epsilon}_0$ : reference strain rate when  $\sigma = 2\Sigma_g$

$n^g$ : internal modulus

### 3. 실험방법

#### 1. 합금설계 및 용해

본 연구에서는 Ti<sub>3</sub>Al 금속간 화합물 중에서  $\beta$  안정화 원소로서 Nb 만이 첨가된 Ti-Al-Nb 3 원계의 regular  $\alpha_2$  합금을 중심으로, 동 합금의 최적 초소성 온도에서 상분율을 변화시키기 위하여 Al 및 Nb 의 함량변화를 달리하였다. 합금원소의 첨가 범위로는 우선,  $\beta$  안정화 원소이며  $\beta$  상 내에서의 확산계수가 Ti 과 비슷한 Nb을 19-30 wt.% 까지 증가시키고, 동시에  $\alpha$  안정화 원소인 Al을 13.5-10.5 wt.% 까지 감소 시켰다. 합금설계에 의하여 선택된 조성은 99.9% 의 고순도 합금원소를 Ar 분위기에서 아크 용해하여 조성당 400g 의 바(bar) 형태로 제작하였다. 표 1 에 합금설계에 의해 제조된 5 종류의 합금에 대한 Al 및 Nb 의 함량변화와 조성분석 결과를 보였다. 분석결과 Al 및 Nb 의 함량 적중이 이루어졌으며 전체적으

로 C, O, N 등의 불순물이 소량의 건전한 범위내로 용해되었음을 알 수 있다.

#### 2. 가공열처리

미세조직 제어를 위한 가공 열처리는 Ti 합금계에서 층상(lamellar)조직의 층간 간격이 재결정시 결정립 크기를 제한한다는 사실을 이용한 일반적인 결정립 미세화 방법을 응용하였다.<sup>(6)</sup> 이를 위해 용해된 바는 모두 1200°C에서 24 시간 용체화 처리 후 1020°C에서 소둔 및 교차 압연하여 결정립 미세화와 각 상의 혼합을 동시에 유도하였다. 각 압연재는 970°C 에서 다시 30 분 어닐링 처리 후 수냉하였으며, 합금성분에 따라 11, 16, 21, 50, 77% 의 다양한  $\beta$  상분율이 관찰되었다. Table 2 에 전체 합금들의 가공 열처리에 따른 미세조직 변화를 정량적으로 측정하여 나타내었으며, 전반적으로 3 $\mu$ m 내외의 미세 등축정이 관찰되었다. 또한, Fig. 2 는 전체 5 합금들 중에서 합금 3, 4, 5 의 전형적인 970°C 재결정 조직으로써 Al 증가 및 Nb 함량 감소에 따라  $\beta$  상분율이 급격히 증가됨을 살펴볼 수 있다.

#### 3. 초소성 특성평가

초소성 특성 평가 방법은 기존에 많이 이용되어온 변형 속도 변환시험, 응력이완 시험 및 초소성 변형시험을 이용하였다. 먼저 Ti<sub>3</sub>Al 계 금속간 화합물들 중에서 가장 대표적인 regular  $\alpha_2$  합금(합금 3)의 적정 초소성 온도를 결정하고 동 온도에서의 정성적인 상분율 효과를 살펴보기 위하여 게이지 길이 15mm, 폭 4mm, 두께 3mm 의 판상시편으로 950, 970, 990°C 에서 변형속도 변환시험을 수행하였다. 이와함께 변형속도 변환시험으로부터 결정된 적정 초소성 온도에서의 2 상 합금을 구성하고 있는 구성상들의 분율변화에 따른 초소성 특성을 정량적으로 평가하고 이를 비탄성 변형이론에 적용하기 위하여 21%, 50%, 77%  $\beta$  상분율을 포함하는 합금들에 대하여 응력이완 시험을 추가로 실시 하였다. 마지막으로 최적 초소성 변형조건에

Table 1 Chemical compositions ( Wt.%) of Ti<sub>3</sub>Al based intermetallics

	Ti	Al	Nb	O <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	C
Alloy 1 (Ti-12.0Al-26Nb)	bal.	13.54	19.12	0.0035	0.0004	0.01
Alloy 2 (Ti-12.0Al-26Nb)	bal.	13.59	20.08	0.0018	0.00017	0.0063
Alloy 3 (Ti-13.5Al-21Nb)*	bal.	13.54	21.37	0.0023	0.00037	0.0082
Alloy 4 (Ti-12.0Al-26Nb)	bal.	11.97	26.22	0.0018	0.00017	0.0043
Alloy 5 (Ti-10.5Al-30Nb)	bal.	10.51	30.75	0.0025	0.00020	0.00

\*regular  $\alpha_2$ .

Table 2 Microstructural parameters of the annealed structures at 970°C after 1 hour soaking

	Alloy 1	Alloy 2	Alloy 3	Alloy 4	Alloy 5
Mean grain size (m)	4.12	3.46	3.41	3.52	3.56
Volume fraction of (%)	11	16	21	50	77
Phase size of 1 (m)	0.51	0.65	1.60	3.52	3.92
Phase size of 2 (m)	4.57	3.96	3.89	3.52	1.75

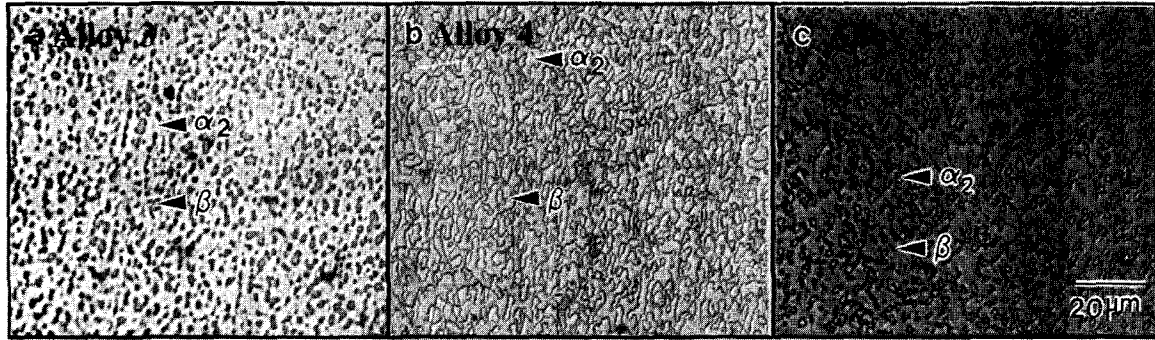


Fig. 2 Optical micrograph showing the three representative microstructures annealed at 970°C for 30 minutes. (a) alloy 3, (b) alloy 4, and (c) alloy 5

서의 초소성 성형능을 확인하기 위하여 게이지 길이 4mm 폭 4mm 두께 3mm의 판상시편으로 970°C 10<sup>-3</sup>sec<sup>-1</sup>의 변형조건으로 초소성 인장시험도 추가하였다.

#### 4. 실험결과

##### 1. 변형속도 변환시험

Fig. 3은 합금 3, 즉 regular α<sub>2</sub> 합금의 최적 초소성 온도를 결정하기 위한 온도 변화에 따른 변형속도 변환시험 결과이다. 실험 결과 최적 변형속도 구간의 경우 10MPa 이하의 낮은 유동응력 및 0.9이상의 높은 변형속도 민감계수 값을 보이므로 전체 실험 온도 구간 즉, 950~990°C 구간이 모두 이 합금의 초소성 온도영역을 알 수 있다. 한편, 전체적인 유동응력 및 변형속도 민감계수의 변화는 빠른 변형속도 구간과 느린 변형속도 구간에서 서로 다른 양상을 보이고 있음을 관찰할 수 있다. 먼저 10<sup>-3</sup>/sec 이상의 빠른 변형속도 구간에서는 온도의 증가에 따라 유동응력의 감소와 함께 변형속도 민감계수의 값이 증가하고 있다. 그러나 10<sup>-3</sup>/sec 이하의 느린 최적 초소성 성형속도 구간에서는 온도의 감소에 따라 유동응력의 감소폭이 줄어들면서 동시에 변형속도 민감계수의

경우 970°C에서 최대값을 보이고 있다. 따라서 동 합금의 경우 대체로 온도 970°C 및 5x10<sup>-5</sup> - 10<sup>-4</sup>/sec의 변형속도 구간이 최적 초소성 조건인 것으로 판단된다.

Fig. 4는 합금 3의 초소성 온도에서 β 상분율이 초소성 변형특성에 미치는 영향을 정성적으로 평가하기 위하여 970°C에서 11, 16, 21, 50, 77%의 β 상분율을 포함하는 합금 1-5에 대하여 변형속도 변환실험을 수행한 결과이다. 실험결과 빠른 변형속도 구간에서는 유동응력의 감소와 변형속도 민감계수의 지속적인 증가를 관찰할 수 있으나, 느린 변형속도 구간에서는 동 온도에서 21%의 β 상분율을 포함하는 합금 3의 경우에 가장 낮은 유동 응력과 가장 높은 변형속도 민감계수값을 보이고 있다. 따라서 Ti<sub>3</sub>Al-xNb 합금계의 경우 최적 미세조직은 21% β 상분율 조건임을 알 수 있었다. 상술한 결과는 일반적으로 2 상 Ti 합금의 경우 β 상분율이 50-60%에 이를 때까지 초소성 현상을 개선시킬 수 있다는 보고와는 상반된다.<sup>(15-17)</sup> 이는 일반적인 Ti 합금계의 경우와는 달리 α<sub>2</sub> 상을 포함하는 Ti<sub>3</sub>Al 계 금속간 화합물들의 경우 α<sub>2</sub> 상의 결정구조가 α 상의 HCP 구조가 아니라 규칙격자인 DO<sub>19</sub> 이므로 α/α<sub>2</sub> 계면 미끄러짐에 필요한 마찰 응력값이 크게 변화하기 때문으로 추정된다. 최근의 Ti<sub>3</sub>Al 계 금속간 화합물에 대한 초소성 변형 후 미

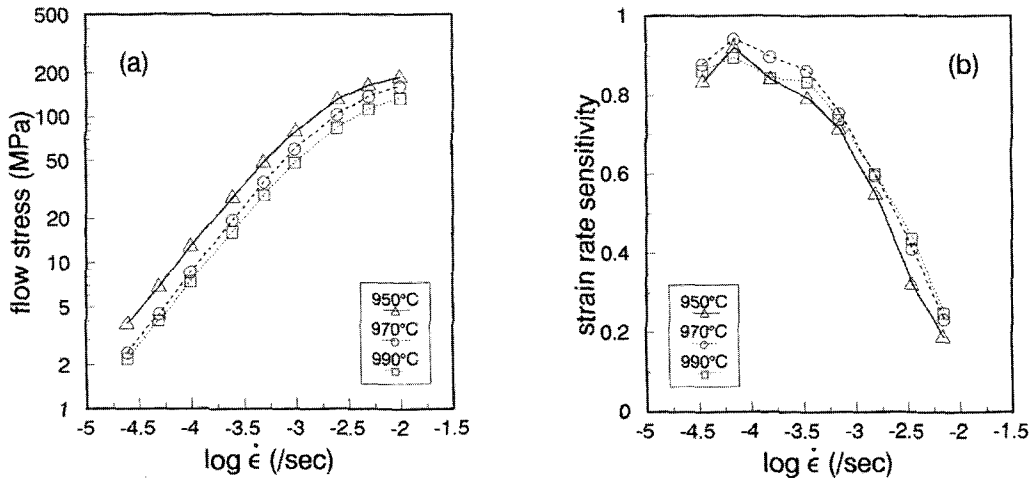


Fig. 3 Effects of temperature on the (a) flow curve and (b) strain rate sensitivity in alloy 3

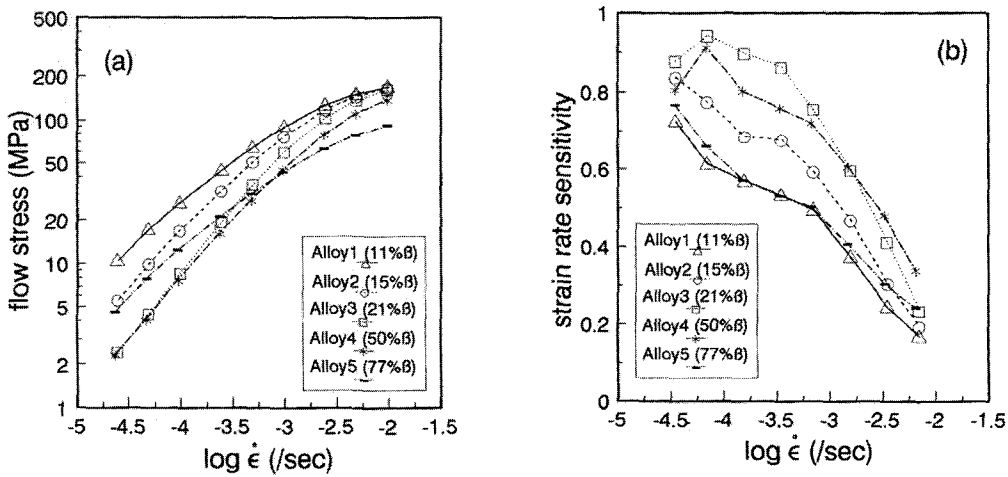


Fig. 4 Effects of  $\beta$  volume fraction on the (a) flow curve and (b) strain rate sensitivity at 970°C

세조직 관찰 결과에서도 유사한 결과들이 보고되고 있으며<sup>(10)</sup>, 이러한 비정상적인 계면 효과로부터 이 합금의 최적 초소성 온도 및 상분율등을 결정함에 있어서  $a_2/a_2$  계면 미끄러짐 특성을 우선적으로 고려해야 함을 어느 정도 미리 예측할 수 있다.

## 2 응력이완시험

Fig. 5는 Ti<sub>3</sub>Al-xNb 합금의 계면 특성 및 결정립내 변형특성을 정량적으로 평가하기 위하여  $a_1/a_1$ 계면과  $a_2$  상을 다수 포함하는 합금 3 과,  $a_2/\beta$ 계면과  $a_2$  및  $\beta$ 상을 동등한 정도로 포함하는 합금 4, 및  $\beta/\beta$ 계면과  $\beta$ 상으로 대부분 이루어진 합금 5 를 970°C에서 응력이완 시험한 결과이다. Fig. 4의 변형속도 변환시험에

비해 전반적으로 유동응력 값이 낮게 측정된 것을 제외 하면 서로 유사한 결과를 보여주고 있다. 특징적인 점은 유동응력 곡선이 변형속도 변환시험에서 얻어진 곡선과 동일하게 전체 곡선의 곡률이 변형속도 구간에 따라 변화하고 있음을 알 수 있다. 다시 말해서, 유동응력 곡선의 형태가 높은 변형속도에서의 볼록한(convex) 형태로부터 변형속도의 감소에 따라 오목한(concave)형태로의 곡률변화를 일으킨다. 이러한 결과로부터 970°C에서의 소성 변형시 2 가지 이상의 변형기구가 관련됨을 추정할 수 있다. 한편, 두 시험 결과 사이에서 발생된 유동응력 값 차이는 시험의 고온노출 시간 및 가해진 총 변형량 변화에 따른 결정립 성장효과 차이 때문으로 생각된다.

즉, 변형속도 변환시험의 경우 통상 고온에서의 노출

시간이 1시간 이상 유지되며, 변형량도 0.3 이상인데 반하여 응력이완 시험의 경우 노출시간이 30분 내외로 비교적 짧고 총 변형량 또한 0.05 이하로 가해지기 때문에 상대적으로 결정립 성장효과가 미미하였기 때문이다.

Fig. 6 과 Table 3 은 응력이완 실험 결과로부터 계면 특성 및 결정립내 변형특성을 정량적으로 평가하기 위하여 970°C의 응력이완 실험 결과를 비탄성 변형이론의 결정립내 변형 (식 3) 및 계면 미끌어짐의 구성방정식 (식 5)에 적용한 결과이다. 각 그림에서 가는 실선은 결정립내 변형을, 점선은 계면 미끄러짐 곡선을 나타내며, 굵은 실선은 결정립내 변형 및 결정립계 미끌어짐의 복합곡선으로 세가지 상분을 모두 실험결과와의 정확한 일치성을 보여주고 있다. 따라서 전술한 970°C에서의 소성 변형과 관련된 2 가지의 변형기구가 계면 미끌어짐 및 이의 수용을 위한 결정립내 변형임을 알 수 있다. 또한, 비탄성 변형이론이 970°C 3 $\mu$ m 결정립재로부터 얻어진 응력이완 실험 결과를 해석하는데 있어 타당성하며, 각각의 변형기구에 따른 곡선으로 분리 가능함을 보였다.

Fig. 7 은 변형속도 변환시험 및 응력이완 시험의 결과를 증명하기 위하여 합금 1-5의 일정 변형속도 ( $\dot{\epsilon}=2.5 \times 10^{-4}/\text{sec}$ ) 초소성 상형 시험한 결과를 보여주고 있다. 그림에서 알 수 있듯이 5 종류의 합금 모두 500%이상의 뛰어난 초소성 특성을 보여주고 있으며 특히 변형속도 변환시험 결과와 동일하게 21%  $\beta$  상분율을 포함하는 합금 3의 경우 1400%의 가장 높은 연신율을 나타내었다.

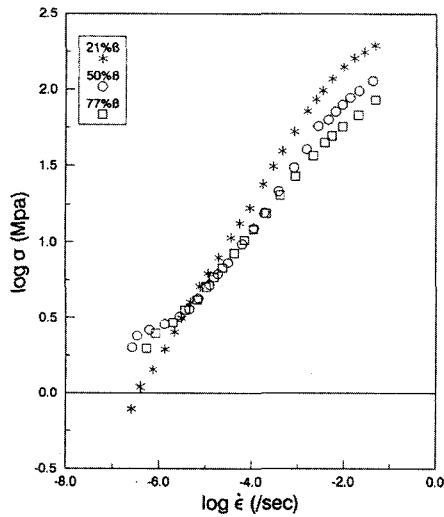


Fig. 5 Effects of  $\beta$  volume fraction on the flow stress curves obtained by load relaxation tests for three representative microstructures at 970°C

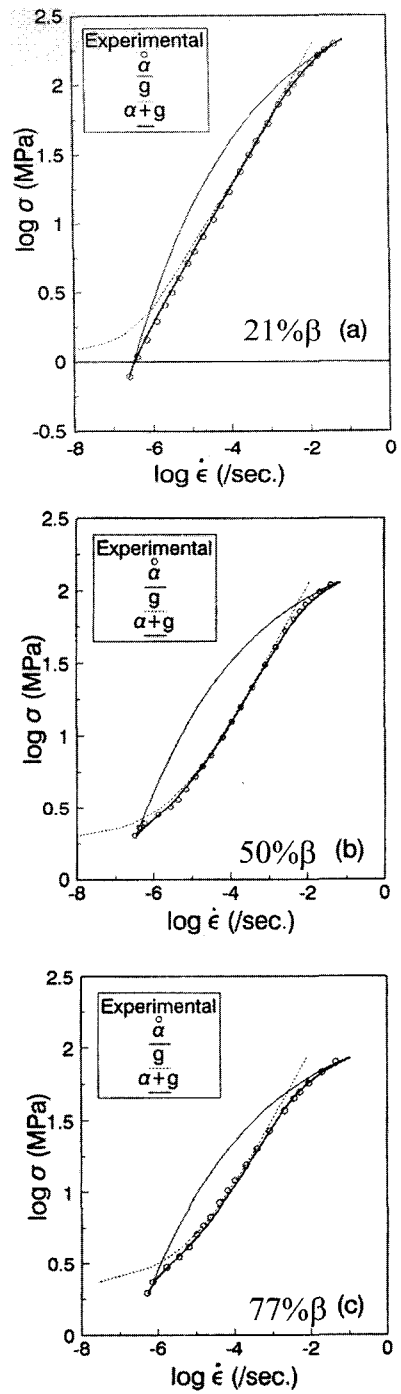


Fig. 6 Experimental and calculated flow curves including GMD and P/GBS for the microstructures of three different  $\beta$  volume fraction at 970°C

Table 3 Constitutive parameters obtained by the regression of flow curves for Ti<sub>3</sub>Al based intermetallics to describe the GMD and P/GBS occurring at 970°C

state variable	21% $\beta$	50% $\beta$	77% $\beta$
Log $\sigma^*$	2.54	2.39	2.25
Log $\dot{\alpha}^*$	-1.868	-1.908	-1.912
$p = 0.15$			
Log $\dot{g}_0$	-6.141	-5.496	-5.268
$\Sigma_g$	0.103	0.275	0.343
$Mg = 0.5$			

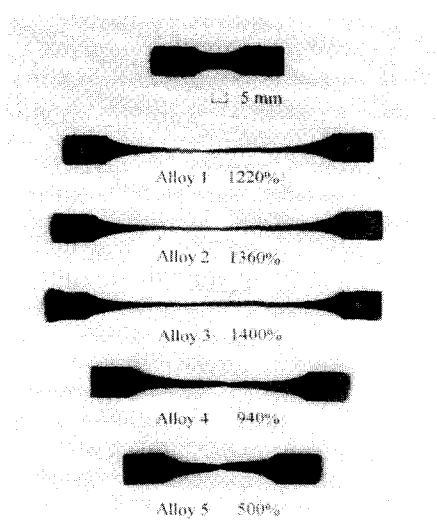


Fig. 7 Superplastically deformed specimens of five alloys at 970°C with a strain rate of  $2.5 \times 10^{-3} \text{sec}^{-1}$

### 5. 고찰

#### 1. 결정립내 수용기구 및 변형모드

일반적으로 2 상 합금의 경우 서로 다른 강도의 기지와 강화제가 공존하는 일종의 복합재료로 간주할 수 있다. 따라서 2 상 합금의 초소성 기구에 있어 계면 미끄러짐을 수용하는 결정립내 변형의 수용 모드(deformation mode)는 각 구성상들의 역할에 따라 매우 달라지게 되며, 변형시 적용되는 평균율(rule of mixture)에 따라 크게 다음의 두 가지 극한 경우로 나뉘어질 수 있다. 첫 번째는, iso-strain rate mode로서 계면 미끄러짐을 수용하기 위한 전체 결정립내 변형속도와 각 상에서의 변형속도는 동일하며, 외부에서 주어진 응력은 각 상에 분

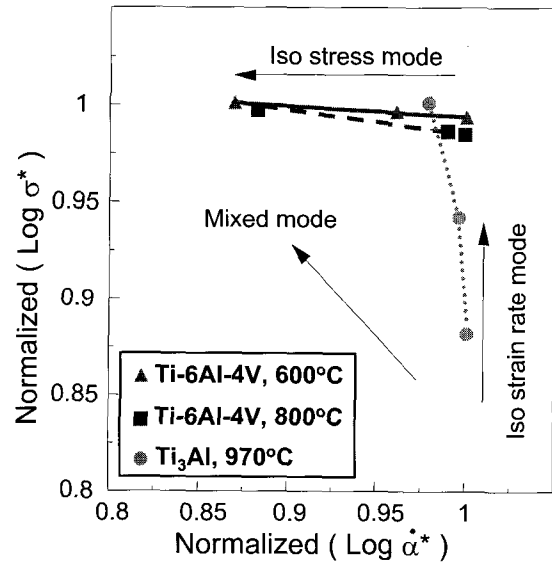


Fig. 8 Determination of deformation mode occurring at 970°C

할되어 부과되어진다. 두 번째는, iso-stress mode로 불리며 외부에서 주어지는 응력이 각 구성상에 동일하게 부과되는 경우로서 전체 변형속도는 각 상에서의 변형속도 총합으로 구성된다.

상술한 변형모드와 관련하여 2 상 Ti 합금계의 경우 지금까지의 연구결과들은 대부분 전체 변형모드가 연한  $\beta$  상에 의해 주도되는 iso-stress mode에 가까운 것으로 밝혀지고 있다. 그러나  $\alpha_2 + \beta$  형 Ti<sub>3</sub>Al-xNb 합금계의 경우는 일반적인  $\alpha + \beta$  형 2 상 합금과는 달리 규칙구조의  $\alpha_2$  상을 포함하고 있으므로 초소성 변형시 위의 2 가지 모델 중 어떤 모드를 따를 것인가 하는 문제는 상당한 논란거리로 대두되고 있다. 실제로 Fu<sup>(9)</sup> 등이 제안한 직접적인 기계적 시험결과는 전체 변형이 연한  $\beta$  상에 의해 제어되는 iso-stress mode에 가까운 것으

로 제안하고 있다. 그러나 Liao<sup>(11)</sup> 등은 미세조직학적 접근법을 이용해서 초소성 변형시 연한  $\beta$  상 뿐만 아니라 경한  $\alpha_2$  상 내부에서도 활발한 전위 운동이 관찰됨을 증명하였고, 특히, Kim<sup>(10)</sup> 등은 TEM (Transmission Electron Microscopy) 관찰을 통하여  $\alpha_2/\alpha_2$  계면과  $\alpha_2/\beta$  계면 근처에서의  $\alpha_2$  상 및  $\beta$  상에서의 전위 거동을 수용기구로 제시 하였다.

본 연구에서는 초소성 변형시 수용기구로 작용하는 결정립내 변형 모드를 독립적으로 조사하기 위하여, 상분을 변화에 따른 내부장도( $\sigma^*$ ) 및 기준 변형 속도( $\dot{\epsilon}^*$ )의 변화를 표준화(Normalize)하여 기존의 Ti-6Al-4V 합금 결과와 함께 Fig. 8 에 표시하였다.<sup>(18)</sup> 그 결과 전체 실험 온도구간에서 iso-stress mode 에 가까운 Ti-6Al-4V 합금과는 달리 Ti<sub>3</sub>Al-xNb 합금의 경우 iso-strain rate mode 에 근접하는 결과를 보여주고 있다. 따라서 2상 Ti<sub>3</sub>Al-xNb 합금계의 경우 계면 미끄러짐에 의해 발생된 결정립간 불일치 변형(mismatch strain)이 대부분 경한  $\alpha_2$  상과 연한  $\beta$  상에 균등하게 배분됨을 알 수 있으며, 전체 계면 미끄러짐에서  $\alpha_2$  상만이 계면 주변에 존재하는  $\alpha_2/\alpha_2$  계면의 중요성을 간접적으로 제시하는 결과로 판단된다.

## 2. 계면 미끄러짐

Ti<sub>3</sub>Al-xNb 합금의 경우 Ti-6Al-4V 합금과 동일하게 전체 계면이 상경계와 결정립계로 구성되어 있으므로 초소성 변형의 주 변형기구인 계면 미끌어짐 현상이 상경계와 결정립계에서 모두 일어날 수 있다. 특히, 동 합금계에서 초소성 특성이 상분을 변화에 의해 크게 좌우됨을 고려할 때  $\alpha_2/\alpha_2$ ,  $\alpha_2/\beta$ ,  $\beta/\beta$  계면의 상대적인 마찰 응력값이 서로 차이를 가지는 것은 분명하다. 그러나 각 계면의 미끄러짐 특성과 관련하여 Ti<sub>3</sub>Al-xNb 합금의 정성적, 정량적 특성들이 아직 보고되지 못하고 있다. 따라서 본 연구에서는 각각의 계면특성을 보다 정량적으로 측정하기 위하여 970°C 의 응력이완 결과로부터 서로 다른 상분율을 가지는 각 미세조직들의 미끄러짐에 필요한 정적 계면 마찰응력 (static friction stress,  $\Sigma_g$ ) 값을 비탄성 변형이론을 적용하여 분석하였다.

분석 결과 Table 3 에서 나타난 바와 같이, 미세조직상  $\alpha_2/\beta$ 계면과  $\beta/\beta$ 계면을 가장 많이 포함하는 50 및 77%  $\beta$  상분율 조직에 비하여  $\alpha_2/\alpha_2$ 계면이 가장 많을 것으로 판단되는 21%  $\beta$  상분율 조직에서 가장 낮은 마찰응력 값이 측정되었다. 따라서,  $\alpha_2/\alpha_2$  계면이  $\alpha_2/\beta$ ,  $\beta/\beta$  계면에 비하여 상대적으로 미끄러짐에 필요한 외부응력이 가장 낮은 것으로 생각되며, Fig. 7 의 초소

성 변형 시험에 있어서도  $\alpha_2/\alpha_2$  계면이 전체 변형을 강하게 좌우하여 21% 상분율 시편에서 가장 높은 연신율을 보인 것으로 생각된다. 결론적으로, Ti<sub>3</sub>Al-xNb 합금의 경우 상대적인 계면 미끄러짐의 응력은  $\alpha_2/\alpha_2 \ll \alpha_2/\beta = \beta/\beta$  계면의 순서로 증가하는 것으로 판단된다.

상술한 결과들을 종합하면,  $\alpha_2+\beta$  형 Ti<sub>3</sub>Al-xNb 합금계의 경우 비탄성 변형이론을 기초로 제시된 초소성 변형기구는  $\alpha_2/\alpha_2$  계면 위주의 일차적인 계면 미끄러짐과,  $\alpha_2$  및  $\beta$  상에서의 동등한 전위 운동에 의한 전위 수용기구로 요약할 수 있다. 한가지 흥미로운 점은 수용기구에 있어서  $\alpha_2$  및  $\beta$  상에서의 전위 역할은 다소 차이를 보인다는 점이다. 보다 정밀한 미세조직학적 접근 결과들에 따르면 경한  $\alpha_2$  상의 경우에  $\alpha_2/\alpha_2$  계면 미끄러짐만을 수용하는데 반하여 연한  $\beta$  상의 경우는  $\alpha_2/\beta$  계면뿐만 아니라 삼중점에서의 집중된 국부변형(localized strain)도 수용하는 것으로 보고 되고 있다.<sup>(10)</sup>

또한 2상 Ti<sub>3</sub>Al-xNb 합금계의 경우 일반적인 Ti 합금계에서와 동일하게 초소성 연신 후 최종 파단이 핀 포인트 형태로 이루어지나, 연한  $\beta$  상 분율이 매우 낮은 경우에는 최종 파단 후 공동의 관찰이 용이하다는 점도  $\beta$  상의 삼중점에서의 수용 역할에 대한 차이를 보여주는 것이라 생각된다.<sup>(19)</sup>

## 3. 상분율 효과

대표적인 2상 초소성 합금인 Ti-6Al-4V 합금의 경우 약 50%의  $\beta$ 상분율이 초소성 변형에 가장 적합한 것으로 알려져 있다. 최근의 계면 특성에 대한 정량적 분석 결과에 의하면 이는 전체 계면들 중에서  $\alpha/\beta$  계면이  $\alpha/\alpha$ ,  $\beta/\beta$  계면에 비하여 상대적으로 낮은 마찰응력 값을 가지며, 또한 모든  $\alpha/\beta$  계면은 낮은 유동응력과 높은 확산 속도로 인하여 계면 미끄러짐의 수용에 용이한  $\beta$  상을 포함하고 있기 때문으로 밝혀졌다.<sup>(18)</sup> 그러나 Ti-6Al-4V 합금과는 달리  $\beta$  형 Ti 합금에서는 60-70%의  $\beta$ 상분율에서 최적의 초소성 특성을 보이며<sup>(20-21)</sup> 최근에 진행되고 있는 Ti<sub>3</sub>Al-xNb 금속간 화합물들의 경우는 약 20%  $\beta$  상분율에서<sup>(1-3)</sup> TiAl 금속간 화합물의 경우에는 약 50%의  $\beta$  상분율에서 최적의 초소성 결과들을 보이고 있다.<sup>(22)</sup> 이처럼 적정 초소성 특성을 나타내는 상분율은 합금계에 따라서 상이한 결과들을 보이고 있으나 아직까지 구체적인 이유를 제시하지 못하고 있다. 따라서 각 합금계에서의 최적 상분율을 정확히 분석하고 예측하기 위해서는 각 합금들을 구성하고 있는 미세조직들 중 초소성 기구와 관련된 계면특성과 수용기구에 대한 개별적인 접근이 우선적으로 요구된다.



본 연구에는 Ti<sub>3</sub>Al-xNb 금속간 화합물의 적정 상분율이 매우 낮은 β 상분율 조건에서 형성되는 이유를 고찰하기 위하여 상술한 상분율의 효과를 계면 미끄러짐과 결정립내 변형으로 분리하여 살펴보았다. Fig. 9 (a)는 전자의 β 상 분율 변화에 따른 계면 미끄러짐 곡선의 변화이다. 상분율 변화에 따른 계면 미끄러짐 곡선의 변화가 전체 변형속도 구간에 관찰되며, 특히 계면 미끄러짐이 중요한 낮은 변형속도 구간에서 β 상 분율 증가가 두드러진 유동응력의 감소를 유발함을 알 수 있다. Table 3의 분석결과 또한, 미세조직상 α<sub>2</sub>/α<sub>2</sub> 경계가 가장 많을 것으로 판단되는 21% 상분율 조건에서 최소 마찰 응력값을 가지므로 결국, 계면 미끄러짐의 관점에서는 β 상분율의 감소가 초소성 유동에 보다 유리한 것으로 판단된다. 반면에 Fig. 9 (b)의 β 상분율에 따른 결정립내 변형과정 변화는 연한 β 상분율이 증가됨에 따라 유동응력이 감소하고 변형 속도가 빨라지는 수용기구의 개선효과를 보이고 있으며, 결정립내 변형이 중요한 높은 변형속도 구간에서 이러한 효과가 두드러짐을 알 수 있다.

따라서 Ti<sub>3</sub>Al-xNb 금속간 화합물의 경우 최적 초소성 특성을 얻기 위해서는 다량의 α<sub>2</sub>/α<sub>2</sub> 계면과 삼중점에서의 국부응력을 해소하고 공동의 형성을 충분히 막을 수 있는 충분한 β 기지가 요구된다고 할 수 있다. 다만, 상술한 두가지 조건을 충족하기 위해서는 β 상이 감소되고 동시에 증가 되어야 하는 상충 효과를 보이므로, 적정 상분율의 해석은 두 기구간의 경쟁으로 해석되어야 하며, 초소성에 있어서의 주 변형기구가 계면 미끄러짐임을 고려한다면, 동 합금계에서 최적 상분율이 20% 내외로 측정, 분석된 것은 비교적 타당한 결과로 판단된다.<sup>(1-3)</sup>

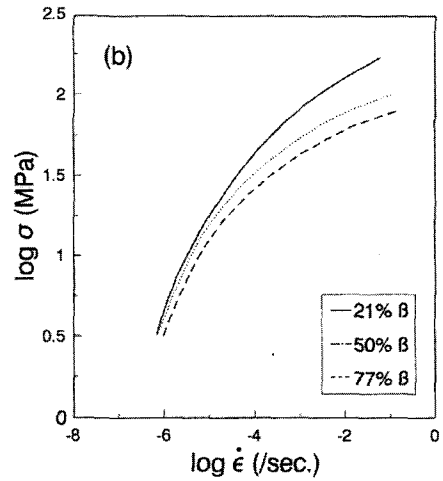
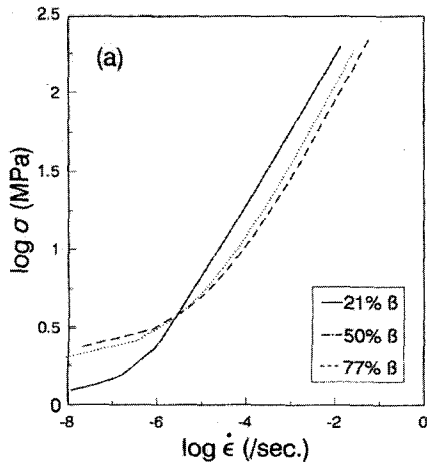


Fig. 9 The variation of (a) P/GBS and (b) GMD curves with the β volume fraction at 970°C

## 6. 결론

- (1) α<sub>2</sub>+β 형 Ti<sub>3</sub>Al-xNb 금속간 화합물의 초소성 거동은 비탄성 변형이론을 이용한 입계 미끄러짐과 이를 보완하기 위한 결정립내 수용기구로 기술되었다.
- (2) 비탄성 변형이론의 적용결과 결정립내 수용 변형은 경한 α<sub>2</sub> 상과 연한 β 상에 균등하게 배분되는 iso-strain rate mode 에 가까운 것으로 분석되었다.
- (3) 전체 계면을 구성하고 있는 α<sub>2</sub>/α<sub>2</sub>, α<sub>2</sub>/β, β/β 계면간의 상대적인 정적 마찰 응력은 α<sub>2</sub>/α<sub>2</sub> << α<sub>2</sub>/β = β/β 의 순서로 증가 하였다.
- (4) 적정 초소성 미세조직은 다량의 α<sub>2</sub>/α<sub>2</sub> 계면과 β 상에 의한 삼중점에서의 국부응력 해소와 공동의 형성의 억제에 가능한 21% β 상분율 조직으로 판단되었다.

## 후 기

학술진흥재단 2001년도 지방대학육성지원 사업에 의한 연구비 지원에 감사드립니다. (2001-002-E00199)

## 참 고 문 헌

- (1) A. Dutta and D. Banerjee, 1990, "Superplastic behaviour in a Ti-Al (Ti<sub>3</sub>Al)-Nb alloy", Scripta Materialia, 24, pp. 1319~1322.
- (2) H. S. Yang, M. G. Zelin, R. Z. Valiev and A. K.

- Mukherjee, 1992, "Strain induced morphological changes of  $\alpha_2$  and  $\beta$  phases in titanium aluminide ( $Ti_3Al$ ) alloys during superplastic deformation", *Scripta Materialia*, 26, pp. 1707~1712.
- (3) M. Strangwood, A. Gingell, E. R. Wallach and C. A. Hippsley 1992, "An initial study of the superplastic behaviour of a titanium aluminide ( $Ti_3Al$ )-based alloy", *J. of Mat. Sci. Lett.*, 11, pp. 317~320.
- (4) D. Jobart and J. J. Blandin, 1996, "Microstructure and superplasticity of a Ti-25Al-10Nb-3V-1Mo intermetallic alloy", *Mat. Sci. and Eng.*, A207, pp. 170~180.
- (5) Y. Rosenberg and A. K. Mukherjee, 1995, "The superplastic properties of a  $Ti_3Al$ -Nb alloy", *Mat. Sci. and Eng.*, A192, pp. 788~792.
- (6) Y. T. Wu, and C. H. Koo, 1997, "Effect of Temperature on the Anisotropic Superplasticity of Textured Ti-25Al-10Nb Alloy", *Scripta Materialia* 2 pp. 267~271.
- (7) R. Imayev, N. Gabdullin and G. Salishchev 1997, "Effect of grain size on superplasticity of an intermetallic  $Ti_3Al$  compound", *Intermetallics*, 5, pp. 229~236.
- (8) J. S. Kim, W. J. Nam and C. S. Lee, 1998, "Effect of  $\beta$  Volume Fraction on the Dynamic Grain Growth during Superplastic Deformation of  $Ti_3Al$ -based Alloys", *Metals and Materials International*, 4, pp. 1041~1046.
- (9) H. C. Fu, J. C. Huang, T. D. Wang and C. C. Bampton, 1998, "Evolution of microstructure and superplastic deformation mechanism in super  $\alpha_2$   $Ti_3Al$  base alloys", *Acta mater.*, 46, pp. 465~479.
- (10) J. H. Kim, C. G. Park, T. K. Ha and Y. W. Chang, 1999, "Microscopic observation of superplastic deformation in a 2-phase  $Ti_3Al$ -Nb alloy", *Mat. Sci. Eng.*, A269, pp. 197~204.
- (11) C. S. Liauo, H. C. Fu, I. C. Hsiao and J. C. Huang, 1999, "On the  $\alpha$ -transus and order/disorder transition temperature in superplastic super 2  $Ti_3Al$  base alloy", *Mat. Sci. Eng.*, A271, pp. 275~285.
- (12) H. Ding, D. Song, C. B. Zang and J. Z. Cui, 2000, "Superplastic behavior of a  $\beta$ -forged  $Ti_3Al$ -Nb alloy", *Mat. Sci. Eng.*, A281, pp. 248~252.
- (13) T. G. Nieh and J. Wadsworth, 1997, "Microstructural characteristics and deformation properties in superplastic intermetallics", *Mat. Sci. Eng.*, A239, pp. 88~96.
- (14) T. K. Ha and Y. W. Chang, 1998, "An internal variable theory of structural superplasticity", *Acta Metall.*, 46, pp. 2741~2749.
- (15) P. G. Partridge, D. S. McDermid and A. W. Bowen, 1985, "A deformation model for anisotropic superplasticity in two phase alloys", *Acta Metall.*, 33, pp. 571~577.
- (16) J. R. Leader, D. F. Neal and C. Hammond, 1986, "The effect of alloying additions on the superplastic properties of Ti-6Al-4V alloy" *Met. Trans.*, 17, pp. 93~106.
- (17) M. L. Meier, D. R. Lesuer, and A. K. Mukherjee, 1991, " $\alpha_2$  grain size and  $\beta$  volume fraction aspects of the superplasticity of Ti-6Al-4V", *Mater. Sci. Eng.*, A136, pp. 71~78.
- (18) J. S. Kim, Y. W. Chang and C. S. Lee, 1998, "Quantitative analysis on boundary sliding and its accommodation mode during superplastic deformation of two-phase Ti-6Al-4V alloy", *Met. Trans.*, 29, pp. 217~226.
- (19) J. S. Kim and C. S. Lee : "Superplastic deformation behavior of  $Ti_3Al$ -xNb alloys", Technical report of KOSEF, 1997.
- (20) P. Y. Qin, L. Weimin and S. Zuozhou, 1988, "Superplasticity in Ti-10V-2Fe-3Al alloy", in *Superplasticity and Superplastic Forming*, Ed. by C. H. Hamilton and N. E. Paton, pp. 263~267.
- (21) E. Girault, J. J. Blandin, A. Varloteaux, M. Suery and Y. Combres, 1993, "Low temperature superplasticity of a metastable  $\beta$ -titanium alloy", *Scripta Mater.*, 29, pp. 503~506.
- (22) W. B. Lee, H. S. Yang, Y. W. Kim and A. K. Mukherjee, 1993, "Superplastic behaviour in a two-phase Ti-Al alloy", *Scripta Mater.*, 29, pp. 1403~1408.