

< 논문 >

ECAP 가공에 의한 초미세립 순수 티타늄의 피로 특성 향상

이영인* · 박진호* · 최덕호* · 최명일** · 김호경†

(2005년 6월 9일 접수, 2005년 9월 12일 심사완료)

Improvement of Fatigue Properties in Ultrafine Grained Pure Ti after ECAP(Equal Channel Angular Pressing)

Young-In Lee, Jin-Ho Park, Deok-Ho Choi, Myung-Il Choi and Ho-Kyung Kim

Key Words : Pure Ti(순수 티타늄), Equal Channel Angular Pressing(ECAP), Ultrafine Grained Microstructures(초미세립 미세조직), Fatigue Notch Sensitivity(피로노치감도), Fatigue Limit(피로한도)

Abstract

Fatigue life and notch sensitivity of the ultrafine grained pure Ti produced by ECAP was investigated. The ECAPed sample with the true strain of 460% showed near equiaxed grains with an average size of about 0.3 μm . After ECAP, the ultimate tensile strength was increased by 60%, while the tensile ductility was decreased by 31%. The ECAPed ultrafine grained pure Ti samples showed high notch sensitivity and significant improvement of high cycle fatigue limit by a factor of 1.67. The ECAPed samples also show high notch sensitivity ($K_f / K_t = 0.96$). It can be concluded that ECAP is the effective process for achieving high fatigue strength in Ti by increasing its tensile strength through grain refinement

1. 서 론

치과시술의 발전과 더불어 환자에게 더욱 완전한 치아기능의 회복을 가능하게 하기 위하여 최근 치과 임플란트 재료의 개발이 활발하게 이루어져 왔다. 이와 같은 생체 재료들은 인체에 독성이나 알레르기 반응을 나타내지 않고 또한 화학적으로 안정해야 한다. 또한, 생체재료와 생체의 상호작용을 의미하는 생체조직적합성(biocompatibility)이 있어야 한다. 생체재료

가운데 티타늄은 가볍고 화학적으로 안정하며 기계적 성질이 우수하고 특히 골의 성장이 티타늄 표면에서 이루어질 수 있다는 골유착(osseointegration)의 개념이 밝혀져 치과 임플란트용 재료로서 널리 쓰여지고 있다.⁽¹⁾ 티타늄은 공기중이나 체액내에서 산소와 쉽고 빠르게 반응하여 생체내에서 가장 안정된 TiO_2 산화막을 형성하며 손상된 경우에도 산소가 약간 존재하면 산화막이 즉시 재생된다. 생체 의료용 재료로서 티타늄 합금이 갖는 또 하나의 장점은 다른 금속재료에 비해 낮은 탄성계수(80-100GPa)를 갖는 소재라는 것이다. 뼈의 탄성계수는 20-30GPa로서 코발트 합금(200GPa) 등은 큰 탄성계수 차이로 인하여 뼈의 파괴가 유발되는 등 문제점이 발생할 수 있으나 티타늄 합금을 사용할 경우 이러한 가능성을 줄일 수 있다.

현재 치과 임플란트용으로는 Ti-6Al-4V 합금을 주로 사용하고 있다. 이 합금은 원래 항공재료로

† 책임저자, 회원, 서울산업대학교 자동차공학과

E-mail : kimhk@snut.ac.kr

TEL : (02)970-6348 FAX : (02)979-7032

* 서울산업대학교 대학원 자동차공학과

** 엔티움㈜ 기술연구소

개발된 것으로 내식성 및 비강도가 우수하다. 그러나, 본 합금을 인체에 지속적으로 사용시 마모가 발생하면 합금 성분인 바나듐(V)과 알루미늄(Al)이 비록 미량이나 인체에 흡입되며, 이로 인하여 장기적으로 인체에 해를 끼칠 수 있다는 사실이 최근에 알려졌다. 따라서, 선진 각국에서는 생체 적합성이 우수하면서 체액에 부식이 안되는 새로운 티타늄 합금의 개발에 많은 연구²⁾가 진행되고 있다. 이를 위해서는 인체에 전혀 무해한 합금원소를 이용하여야 하며 적절한 강도와 물성, 화학적 안정성이 요구된다.

최근 조직의 미세립화를 통한 강도 및 연신률 향상으로 공법이 간단한 강소성 변형 기법 중 하나인 ECAP(equal channel angular pressing)이 국내외적으로 각광을 받고 있다.⁽³⁻⁵⁾ ECAP 공정은 금속재료의 결정립을 1 μm 이하로 미세화시켜 강도를 향상시키기 위해 현재 널리 연구되고 있는 강소성 변형(severe plastic deformation) 기술이다. 이 기술은 Fig. 1 과 같이 동일한 단면적을 갖는 두 개의 통로가 서로 일정한 각을 이루는 다이를 이용, 반복 압출함으로써 재료의 단면적을 변화시키지 않고 극심한 전단 변형을 부여하여 기계적 파쇄(mechanical fragmentation)에 의하여 미세조직을 등축정의 초미세립화하여 재료의 인성 및 강도를 크게 향상시킬 수 있는 새로운 가공 기술이다. 통상적으로 반복적인 압출로 약 400-600% 이상의 변형률을 가할 경우 대부분의 금속재료가 결정립 크기는 약 0.3-0.4μm 정도에 도달하여 포화상태에 도달한다. 이 경우 Hall-Petch 식에 의거하여 재료의 항복강도는 증가한다.

본 연구에서는 생체 적합성이 우수하나 강도가 Ti-6Al-4V 에 비해서 현저히 낮은 관계로 생체재료로 적용이 부적합한 것으로 알려진 순수한 티타늄의 강도를 증가시키고자 한다. 이를 위하여 알루미늄, 철강에 주로 적용되어 온 ECAP 공정을 순수 티타늄에 적용하여 초미세립화함으로써 강도 향상을 시도하고자 한다. 또한, 실제 임플란트 재료로 적용시 요구되는 피로강도, 피로 노치감도계수, 피로균열 전파속도를 포함한 피로파괴 특성을 연구하고자 한다.

2. 실험 방법

사용 순수 티타늄 봉재(grade 2: Ti-0.06Fe-0.01N-0.01O-0.01H wt.%)를 길이 90 mm, 직경 14.5 mm 로

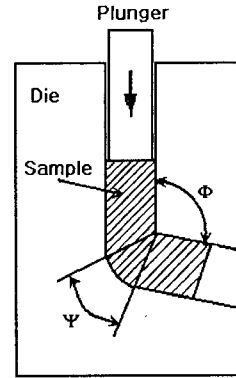


Fig. 1 Schematic illustration of the ECAP facility showing the angles Φ and Ψ

가공하여 온도 1073K 의 아르곤 분위기에서 1 시간 풀립처리 후 상온으로 수냉하였다. 열처리 후 평균 결정립 크기는 105 μm 로 나타났다[Fig. 2(a)참고]. ECAP 다이는 Fig. 1 과 같이 내각 Φ 가 110°, 바깥각 Ψ 가 25°이며 SKD61 공구강으로 제작하여 실험을 하였다. 본 다이를 사용할 경우 다음과 같은 식 (1)에 의해 1 pass 당 유효 변형률은 약 76%에 해당한다.⁽⁴⁾

$$\epsilon = \frac{2 \cot\left(\frac{\Phi + \Psi}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\Phi + \Psi}{2}\right)}{\sqrt{3}} \quad (1)$$

ECAP 가공시 MoS₂ 를 윤활제로 사용하였으며 모든 실험은 램 속도를 1 mm/s 로 온도 683K 에서 실시하였다. 티타늄 봉재를 10 분간 ECAP 가공 온도에서 유지한 후 미리 동일한 온도로 가열한 다이를 통과시켰다. 동일한 시편을 6 패스까지 반복적으로 ECAP 가공 하였으며 패스 경로는 모든 시편은 ECAP 다이를 통과해서 나온 시편을 다시 다이 입구에서 통과 직전의 시편위치에서 길이방향으로 90 도 회전하여 다이를 통과시키는 B 경로법을 적용하였다.⁽⁴⁾ 참고로 A 경로법은 다이를 통과해서 나온 시편을 통과전의 입구 위치에서 시편을 회전시키지 않고 그대로 다시 다이를 통과시키는 방법이며 C 경로법은 다이를 통과해 나온 시편을 180 도 회전시켜 다이를 다시 통과시키는 방법이다.⁽⁴⁾ 일반적으로 ECAP 온도는 낮을수록 결정립 크기가 작아진다. 초기에 ECAP 을 1 차 패스시 523K 에서 시도하였으나 파단이 되면서

압출되어 1 차 및 2 차 패스는 593K 에서 실시하였으며 그 후 조직이 어느 정도 미세화한 후 3 차 및 4 차 ECAP 온도는 각각 523K, 473K 에서 실시하였다.

ECAP 가공한 봉상의 재료와 원재료 (unECAPed)의 길이방향의 인장 물성치를 초소형 인장 시험편을 이용하여 측정하였다. 초소형 인장 시험편은 판모양으로 와이어 방전가공으로 가공하여 평행부 길이 5mm, 폭 2mm, 두께 1mm 어깨부 반경 1.5mm 의 시험편을 추출하였다. 인장 시험은 1 mm/min 의 속도로 시험하였으며 이때 초기 변형률 속도는 $3.3 \times 10^{-3}/s$ 에 해당된다. 피로 시험에 사용한 시험편은 Fig. 3 에서와 같이 평활 시험편(a)과 노치 시험편(b)을 사용하였다. 유한요소해석 결과 노치 시험편의 이론적 응력집중계수 $K_t = 2.2$ 로 나타났다. 피로시험은 유압 서보시험기 (Instron 8516)를 이용하여 축방향 하중으로 응력비 $R = -1$ 인 일정 응력진폭으로 주파수 15Hz 로 상온에서 수행하였다. 균열전파속도를 측정하기 위하여 SEN(single edge notch) 시험편 형상을 사용하였으며 이 시험편에 대한 응력 확대계수는 다음과 같은 관계식 (2)를 이용하였다.

$$K = \left(\frac{P}{Wt}\right)(\pi a)^{0.5} \left\{ 1.12 - 0.231\left(\frac{a}{W}\right) + 10.55\left(\frac{a}{W}\right)^2 - 21.72\left(\frac{a}{W}\right)^3 + 30.39\left(\frac{a}{W}\right)^4 \right\} \quad (2)$$

여기서, W , t , a 는 각각 시험편의 폭, 두께, 균열 길이로 본 시험편의 경우 시험편 길이 $L=75mm$, $W=13mm$, $t=1.5mm$ 를 사용하였다. 균열길이는 50 배의 이동형 독취 현미경을 사용하였다.

ECAP 가공한 재료의 미세조직은 투과전자현미경 (TEM)을 이용하여 관찰하였다. TEM 시험편은 약 50 μm 의 두께로 얇게 가공한 후 직경 3 mm 로 펀치로 찍어 디스크를 제작하였다. 디스크를 50% HF+50% HNO₃ 용액에 담근 후 에탄올, 아세톤, 메탄올로 세척한 후 관찰하였다. TEM 은 120kV 에서 Philip EM420 을 사용하여 관찰하였다.

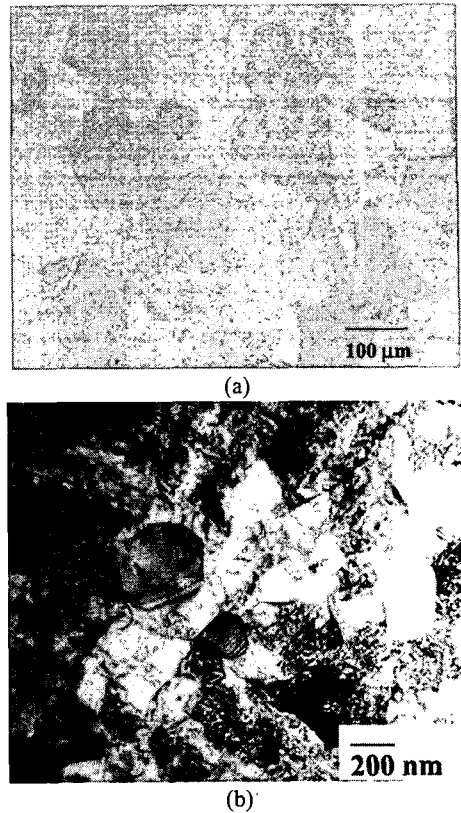


Fig. 2 Microstructures of (a) unECAPed ($d = 105 \mu m$), and (b) ECAPed pure Ti ($d = 0.3 \mu m$)

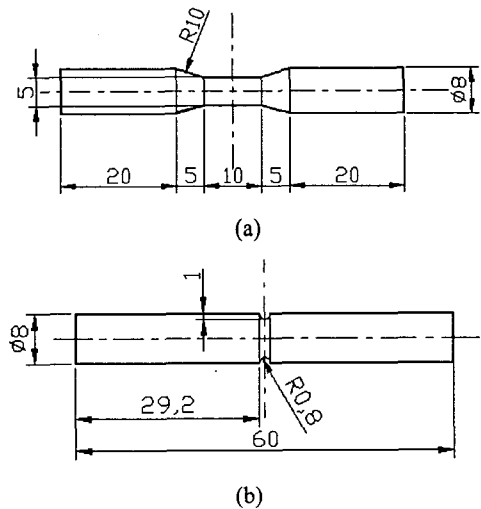


Fig. 3 Fatigue specimen and dimension are in mm: (a) Smooth round bar specimens (b) Notched round bar specimen ($K_t = 2.2$)

3. 실험결과 및 고찰

3.1 미세조직 및 인장특성

Fig. 2(b)는 총 유효 변형률 약 460%에 해당하는 6 패스 ECAP 가공 후의 시험편의 대표적인 미세조직에 대한 TEM 사진이다. ECAP 전의 초기 미세조직인 Fig. 2(a)과 비교하여 결정립 미세화가 확연함을 알 수 있다. Fig. 2(b)에서 결정립은 거의 등축정으로 평균 크기가 0.3 μm 로 나타났다. 순수 티타늄에 총 8 패스로 ECAP 가공하여 총 유효변형률이 약 800%로 평균 결정립 크기가 0.3 μm 인 Valiev 등에 의한 결과⁽⁶⁾와 비교할 때 ECAP 가공에 의한 결정립 미세화는 유효 변형률이 약 400-500% 이상에서는 거의 포화상태가 됨을 알 수 있다.

ECAP 가공한 Ti 재료와 원소재의 응력-변형률 선도는 Fig. 4 와 같다. 조대한 조직을 갖은 원소재의 경우 높은 연신률과 함께 통상적인 변형률 경화 거동을 나타내고 있다. 그러나 ECAP 가공한 초미세립 Ti 의 경우 원소재와 비교하여 인장강도는 약 60% 증가하였으나 연신율은 31% 감소하였다. 인장강도의 증가는 ECAP 가공에 의한 결정립 미세화로 기인한 것으로 추측된다. 연신율 감소의 경우 다른 ECAP 가공한 금속재⁽⁷⁾에서 나타나는 바와 같이 ECAP 가공 후 변형률 경화 능력의 저하로 판단된다.

3.2 피로한도

Fig. 5 는 원소재와 ECAP 가공한 Ti 의 노치가

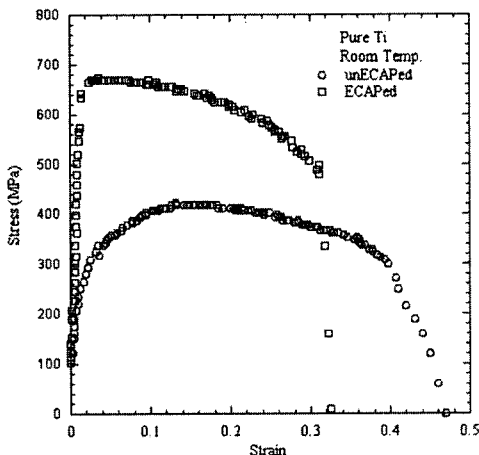


Fig. 4 Tensile stress-strain curves for the unECAPed and ECAPed Ti samples

없는 평활 시험편과 노치 시험편의 피로시험 결과를 나타낸 순수 응력진폭과 피로파단수명 (S-N) 선도이다. 이들 S-N 선도와 이들에 대한 상관계수 R 은 다음과 같은 관계식으로 나타낼 수 있다.

$$\sigma_a = 311 \times N_f^{-0.023} \quad \text{:원소재 평활시험편; } R=0.92 \quad (3)$$

$$\sigma_a = 306 \times N_f^{-0.043} \quad \text{:원소재 노치시험편; } R=0.91 \quad (4)$$

$$\sigma_a = 654 \times N_f^{-0.041} \quad \text{:ECAP 평활시험편; } R=0.95 \quad (5)$$

$$\sigma_a = 552 \times N_f^{-0.080} \quad \text{:ECAP 노치시험편; } R=0.99 \quad (6)$$

평활시험편의 피로실험 결과에 관하여 다음과 같은 고찰이 가능하다. Fig. 5 에서 보듯이 순수 Ti 의 피로한도는 ECAP 가공 후 210 MPa 에서 350 MPa 로 약 1.67 배 증가하였다. 이와 같은 결과는 ECAP 가공 후 피로한도에 있어서 별다른 증가가 없는 Al 이나 Mg 합금의 경우^(8,9)와 큰 차이가 있다. 피로한도 350 MPa 은 Valiev 등⁽⁶⁾의 실험 결과인 동일한 결정립 크기(0.3 μm)를 가진 ECAP 가공한 순수 Ti 의 피로한도(=380 MPa) 보다 약간 낮은 값이다. 이와 같은 차이는 ECAP 다이의 형상, 가공 온도, 변형률 경로와 같은 공정 조건과 불순물의 정도의 차이로 기인한다고 추측된다. 본 연구에서 실험한 원소재 및 ECAP 가공한 순수 Ti 의 피로한도 결과를 순수 Ti 에 대한 다른 연구자의 결과^(6,10-12)와 함께 Table 1 에 요약하였다. 또한, 노치와 평활시험편의 피로한도 차이가 원소재에 비하여 ECAP 재료가 현저하게 차이가 발생함을 알 수 있다. 원소재의 경우 노치가 있는 시험편과 없는 시험편의 피로한도가 차이가 크지 않다는 사실은 원소재 시험편이 노치에 의한 응력집중으로 인한 피로감도에 둔감하다는 것을 알 수 있다. 반면에, ECAP 가공재의 경우 노치에 의한 응력집중으로 인하여 피로감도가 민감함을 알 수 있다.

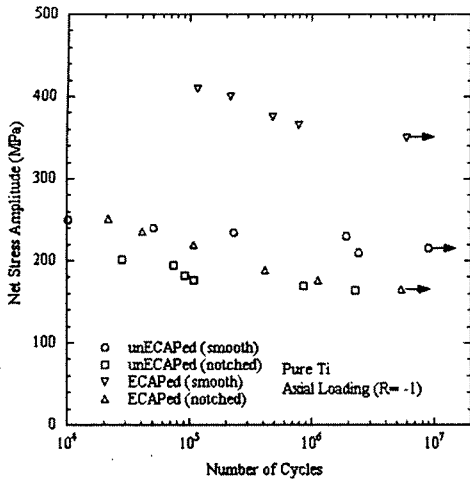


Fig. 5 S-N curves for the unECAPed and ECAPed samples

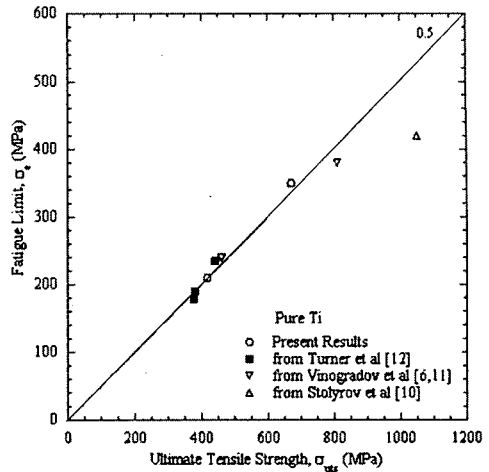


Fig. 6 Relationship between fatigue limit and ultimate tensile strength of pure Ti. Data from [6,10~12]

Table 1 Mechanical properties and grain size of pure Ti

Material (Unit)	σ_{UTS} MPa	σ_{ys} MPa	σ_e MPa	σ_e/σ_u -	d μm	ϵ_f %
unECAPed	418	248	210	0.52	105	47.2
ECAPed	669	635	350	0.52	0.3	32.5
ECAPed [6]	810	650	380	0.47	0.3	15
ECAPed [10]	1050	970	420	0.40	0.15	8
unECAPed: Cold Reduct.[11]	460	380	238	0.52	15	26
unECAPed: Annealed [12]	440	315	235	0.53	9	N.A.
unECAPed: Annealed [12]	380	248	190	0.50	32	N.A.
unECAPed: Annealed [12]	377	190	178	0.47	100	N.A.

금속재료에서 피로강도는 인장강도의 함수로 알려져 있다. 그러므로, ECAP 가공한 재료의 높은 피로한도는 높은 인장강도에 기인한다고 할 수 있다. ECAP 가공한 Ti의 피로한도/인장강도 (σ_e/σ_{UTS})의 비가 0.52인 것은 결정립 크기 $d=9 \mu m^{(12)}$ 인 Ti과 결정립 크기 $d=15 \mu m$ 로 비교적 조대한 조직을 가진 Ti⁽¹¹⁾에서의 비율과 거의 유사하다. Table 1과 Fig. 6에서 보는 바와 같이 결정립 크기 $d=0.15 \mu m^{(10)}$ 의 Ti을 제외하고 대부분이 $\sigma_e/\sigma_{UTS} \approx 0.5$ 의 관계식이 성립한다. 결정립 크기 $d=0.15 \mu m$ [10]의 Ti의 경우 ECAP 가공 후 냉간 가공으로 인하여 결정립이 길게(elongated) 나타났다. 이와 같은 냉간 가공은

집합조직의 이방성(texture anisotropy)을 유발하여 결과적으로 등축정 조직과 다른 비정상적인 기계적 성질을 나타낼 수 있다. 이와 같은 결과를 토대로 순수 Ti의 인장강도를 높이는 방법이 피로한도를 높이는 유효한 방법으로 판단된다.

결정립의 크기를 줄이는 것은 응력집중을 감소시켜 결과적으로 균열발생을 억제하는 것으로 알려져 있다. 그러므로, 결정립 크기에 대한 피로한도의 의존성은 Hall-Petch 관계식과 유사하게 나타낼 수 있다. 본 연구에서 실험한 원소재와 ECAP 가공한 Ti의 피로한도를 Table 1에서의 Ti에 대한 다른 연구결과^(6, 10-12)와 함께 결정립 크기의 함수 $d^{-0.5}$ 로 Fig. 7에 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이 피로한도가 $d^{-0.5}$ 과 적절한 연관관계를 나타내고 있다. Turner 등에 의한 결과⁽¹²⁾를 제외한 Ti의 피로한도 σ_e 는 Hall-Petch의 관계식 형태로 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$\sigma_e = 214 + \frac{83}{\sqrt{d}} \tag{7}$$

여기서 단위가 d 는 μm 로, σ_e 는 MPa로 계산되었다.

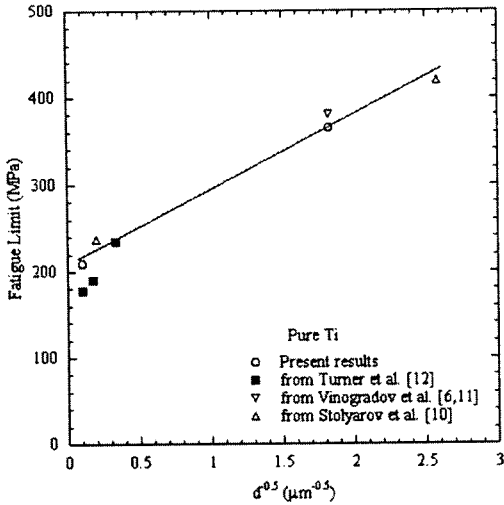


Fig. 7 Hall-Petch behavior of fatigue limit of pure Ti. Data from [6, 10~12]

3.3 피로노치 감도계수

피로노치감도계수 K_f 는 다음과 같이 정의된다.

$$K_f = \frac{\sigma_e}{\sigma_{en}} \quad (8)$$

여기서, σ_e 와 σ_{en} 은 각각 평활 시험편 및 노치 시험편의 피로한도이다. 피로 노치 감도계수는 이론적 응력집중계수가 피로 노치계수와 얼마나 차이가 나는가를 나타낸다. 이와 같은 차이는 일반적으로 노치 선단에서의 소성 이완(plastic relaxation)으로 발생한다. Fig. 5 의 결과로부터 원소재와 ECAP 가공한 Ti 의 K_f 값은 이론적 응력집중계수 $K_t=2.2$ 를 고려하면 각각 2.12 와 1.28 이 된다. K_f / K_t 의 비율은 피로노치감도의 정도를 나타내는 값으로 이 비가 클수록 노치 감도가 크다. 원소재와 ECAP 가공한 순수 Ti 에 대한 K_f / K_t 의 비는 각각 0.58 과 0.96 으로 나타났다. 이는 ECAP 가공한 Ti 이 원소재에 비하여 노치감도가 66% 높다는 것을 의미한다. 이와 같은 이유는 주로 ECAP 가공후 항복강도가 증가한 이유에 기인한다고 판단된다. 즉, ECAP 가공한 티타늄의 경우 평활 시험편의 피로한도는 ECAP 가공으로 결정립이 초미세립화하여 미소 균열의 발생에 대한 저항력이 대단히 증가하였기 때문이다. Hu 와 Cao 의 기준⁽¹³⁾에 의하면 $\sigma_y / \sigma_{UTS} > 0.9$ 혹은 $\sigma_e / \sigma_{UTS} > 0.45$ 인 재료는 시험편의 직경 $D \leq 10$ mm 이며 응력비 $R (= \sigma_{min} / \sigma_{max}) = -1$ 일때 높은 노치감도를 나타내는 것으로 알려져 있다.

응력비 $R=-1$ 이며 시험편 직경이 $D \leq 10$ mm 인 본 실험조건에서 ECAP 가공한 재료의 경우 $\sigma_y / \sigma_{UTS} = 0.95$ 이며 $\sigma_e / \sigma_{UTS} = 0.52$ 이다. 또한, 원소재의 경우 $\sigma_y / \sigma_{UTS} = 0.59$ 이며 $\sigma_e / \sigma_{UTS} = 0.50$ 이다. 그러므로, 본 연구결과는 Hu 와 Cao 가 제안한 기준인 $(\sigma_y / \sigma_{UTS})^{(13)}$ 와 잘 일치하는 것으로 나타났다.

3.4 피로균열 전파속도

조대한 미세조직을 갖는 원소재와 미세립 조직의 ECAP 가공한 티타늄에 대하여 응력비 $R=0.05$ 와 0.4 의 조건에서의 균열전파속도 결과는 Fig. 8 과 같다. 또한, 비교를 위하여 Ti-6Al-4V 합금에 대한 응력비 $R=0.1$ 에서의 균열전파속도⁽¹⁴⁾를 포함하였다. Ti-6Al-4V 의 경우 α 상 60%+ lamellar 상 40%이며 상의 평균결정립 크기가 약 $20 \mu\text{m}$ 로 항복강도 930 MPa, 인장강도 970 MPa 인 티타늄 합금이다. Fig. 8 에서 응력비 $R=0.05$ 인 경우 ECAP 가공한 순수 티타늄의 경우 Ti-6Al-4V 합금보다 비록 응력비는 약간 낮으나 $\Delta K=20\text{MPa} \sqrt{m}$ 에서 균열전파속도가 약 10 배 이상 낮은 것으로 나타났으며 원소재 티타늄의 경우도 Ti-6Al-4V 합금보다 낮은 것으로 나타났다.

Fig. 8 에서 동일한 응력비에서 원소재의 균열 전파속도는 ECAP 가공한 Ti 의 균열 전파속도보다 훨씬 빠른 것으로 나타났다. 이는 기존의 ECAP 가공한 철강, Mg, Al 합금의 경우와 비교하여 다른 거동을 나타내고 있다.^(5,9,15) ECAP 가공한 미세립 조직이 응력확대계수 폭이 낮은 구역에서 균열전파속도가 약간 빠르면 Paris 식에서의 응력확대계수 폭의 지수(m) 크기가 조대립 조직에 비하여 약간 작다. 혹은 미세립 조직이 응력확대계수 폭이 낮은 구역에서 균열 전파속도가 약간 느리면 지수(m)의 크기가 조대립 조직에 비하여 약간 크다. 결과적으로 Paris 식이 적용되는 구간의 중간 부분에서 미세립 조직과 조대립 조직의 균열 전파속도 선도가 서로 역전되는 현상이 발생한다. 예로, 철강⁽⁵⁾과 Al-5056⁽⁸⁾의 경우 미세립의 ECAP 가공한 재료가 조대립조직을 갖는 원소재에 비하여 응력확대계수 폭이 낮은 구간에서는 속도가 약간 빠르나 중간 구간 이후에 역전되는 현상이 나타난다. 그러나, AZ31 마그네슘 합금⁽⁹⁾과 Al-6061⁽¹⁵⁾의 경우에는 미세립 조직이 응력확대계수 폭이 낮은 구간에서는 균열 전파

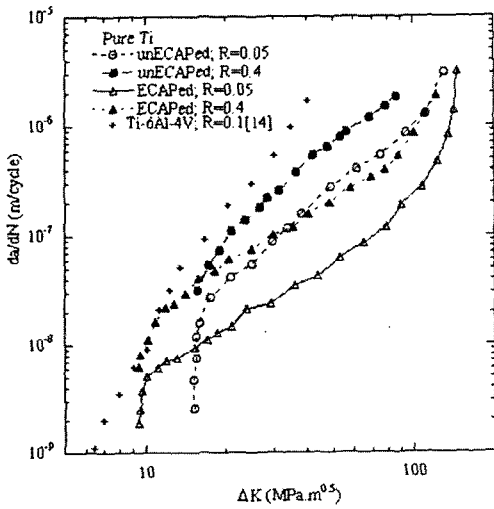


Fig. 8 Fatigue crack growth rates of unECAPed and ECAPed pure Ti at R = 0 and 0.4

속도가 약간 느리나 나중에는 역전되는 현상이 발생한다. 즉 Ti 을 제외한 ECAP 가공한 철강, Al 및 Mg 합금의 경우 ECAP 가공재와 원소재가 서로 균열 전파속도에서 약간의 빠르고 느림의 속도 차이를 나타내며 응력확대계수 폭 지수(m)의 크기도 상대재료에 비하여 약간의 차이를 나타내고 있다. 결과적으로 이들 재료의 경우 ECAP 가공하여 미세립화하는 방법이 피로균열전파 저항을 향상시키는데 큰 역할을 못하는 것으로 판단된다. 그러나, 본 ECAP 가공한 Ti 의 경우 ECAP 가공한 초미세립재가 조대립의 원소재에 비하여 균열전파속도 측면에서 저항능력이 월등하여 동일 응력확대계수 폭에서 약 4 배 이상 향상(1/4 배 느림)되었음을 알 수 있다.

미세립의 재료는 균열전파에 대하여 낮은 저항력을 가지고 있는 것으로 알려져 있다. 이와 같은 이유는 역전 소성역의 크기(reverse plastic zone size)와 같은 고유의 내적인자와 거칠기 유기 균열 닫힘(roughness-induced crack closure)과 같은 외적인자의 측면에서 설명할 수 있다. 미세립 재료에서의 소성역은 결정립 크기보다 통상적으로 작은 관계로 하중을 가한 후 제거시 전위가 다시 미끄러지며 원위치로 회복되는 것이 어려워져 결과적으로 피로 반복하중시 손상이 축적되게 된다. 또한, 피로 균열에 의하여 발생하는 균열 경로가 조대 결정립에서 보다 굴곡이 작게 발생하여 균열이 진전하는데 필요한 구동력을 효과적으로 감소시킬 수 없다. 즉, 거칠기 유기 균열 닫힘

효과가 감소하여 결과적으로 미세립 재료에서 균열전파속도는 빠르게 된다.⁽⁸⁾ 그러므로, 이와 같은 효과로 인하여 결정립 크기가 감소하면서 하한계 응력 확대 계수폭(ΔK_{th})이 감소하고 균열전파 속도가 증가하는 것으로 알려져 있다. 그러나, 본 연구결과 조대 결정립의 원소재의 경우 하한계 응력확대계수 폭이 ECAP 가공한 초미세립 티타늄과 거의 유사한 값을 나타내고 있다. 그러나, 본 재료의 경우 균열전파속도는 이와 상이한 결과를 나타내었다. 비록 ECAP 가공한 티타늄이 현저히 낮은 균열전파속도를 나타내는 이유에 관하여 분명하지는 않으나 ECAP 가공으로 현저히 증가된 항복강도로 판단된다. 왜냐하면, 항복강도가 증가하면 피로 사이클 중에 균열선단 개구변위(crack tip opening displacement)가 감소하여 결과적으로 균열 전파속도가 느려진다.

한편, 응력비가 증가하면서 일반적인 피로 거동에서 나타나듯이 균열전파속도가 증가함을 알 수 있다. 그러나, 동일한 응력확대계수 폭에서 조대립의 원소재에 비하여 ECAP 가공한 초미세립 순수 Ti 의 균열 전파속도의 증가 효과가 더 큼을 알 수 있다. 통상적으로 균열 닫힘 효과로 인하여 파단면이 상대적으로 매끄러운 초미세립재가 균열닫힘 효과가 응력비가 증가하면서 급격히 감소하는 것이 일반적이다. 본 연구에서 실험한 순수 Ti 의 경우 이와는 상반된 결과를 나타내고 있다.

원소재와 ECAP 가공한 Ti 에 대한 파단면을 주사형 전자현미경(SEM)으로 관찰하였다 Fig. 9 (a)와 (b)는 각각 응력비 R=0.05, 응력확대계수 폭 $\Delta K \sim 30 \text{MPa m}^{0.5}$ 에 해당하는 균열위치에서 관찰한 파면이다. Fig. 9 (a)에서 원소재의 경우 파단면이 매우 불규칙하게 많은 소성변형을 유발하며 이로 인한 많은 덩플과 찢음 전단이 존재함을 알 수 있다. 이와는 반대로, ECAP 가공한 재료의 경우인 Fig. 9(b)에서는 파면의 대부분이 높이가 약 10 μm 내외의 돌기로 원소재와 비교하여 좀 더 매끄러움을 알 수 있다. 본 파면 분석을 통하여 원자재의 경우 피로 균열 전파시 많은 소성변형을 유발하여 균열전파속도가 ECAP 가공한 재료보다 느릴 것으로 예상된다. 그러나, 앞서 서술했듯이 ECAP 가공한 재료의 균열전파속도가 원소재에 비하여 현저히 느리다는 사실과 상반된다. 따라서, 본 시험재의 피로균열전파 거동에서 항복강도 증가로 인한 균열전파 저항효과가 균열전파시의 소성변형에 의한 균열 전파저항 효과보다 현저히 큰 것으로 판단된다.

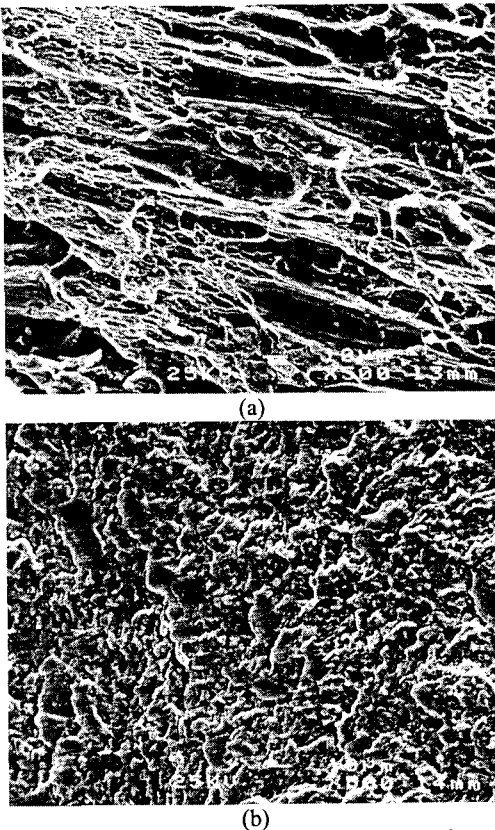


Fig. 9 Fatigue crack surfaces at $K \sim 30\text{MPa m}^{0.5}$ for (a) the unECAPed and (b) ECAPed Ti samples. Crack propagation direction is from bottom to top

결론적으로 순수 Ti 의 경우 ECAP 가공 후 결정립 미세화로 인장강도 측면에서 커다란 향상을 나타내고 있으며 피로강도 및 균열전파속도 측면에서 다른 ECAP 가공한 금속재료보다 매우 효과적인 강도향상 효과를 나타내고 있다. 따라서, 순수 Ti 을 치과 임플란트와 같은 의료용 재료로 적용하기 위해서는 피로강도를 더욱 향상시키기 위하여 ECAP 가공 후 적절한 열처리를 통한 최적의 조건을 확립시키기 위한 추후 연구가 필요하다.

4. 결 론

조대한 결정립을 가진 원소재 순수 Ti 과 ECAP 으로 가공한 초미세립 순수 Ti 의 피로수명과 노치감도계수 및 균열전파속도에 대하여 비교 평가하였으며 다음과 같은 결과를 얻었다.

(1) 총 유효변형율이 460%에 해당하는 연속 6 패스의 ECAP 가공으로 평균 결정립 크기가 $0.3 \mu\text{m}$ 의 등축정 초미세립 조직을 얻었다.

(2) ECAP 가공한 초미세립 Ti 의 경우 원소재에 비하여 인장강도는 60% 향상되었으며 연신율은 31% 감소하였다.

(3) ECAP 가공한 초미세립 Ti 의 경우 원소재에 비하여 피로한도는 67% 향상되었으며 높은 피로 노치감도 ($K_f/K_t=0.96$)를 나타내었다.

(4) ECAP 가공한 초미세립 Ti 의 경우 원소재에 비하여 낮은 균열전파속도를 나타내며 이와 같은 결과는 높은 항복강도의 영향으로 판단된다.

(5) 기존의 철강, Al 및 Mg 합금에 비하여 ECAP 공정이 순수 Ti 경우에는 피로강도를 향상시키는데 매우 효과적인 것으로 나타났다.

후 기

이 논문은 2003 년도 한국학술진흥재단의 지원에 의하여 연구 되었음. (KRF-2003-041-D00005)

참고문헌

- (1) Zhu, Y., Lowe, T. and Langdon, T.G., 2004, "Performance and Applications of Nanostructured Materials Produced by Severe Plastic Deformation," *Scripta Mater.*, Vol. 51, pp. 825~830.
- (2) Kuroda, D., Niinomi, M., Morinaga, M., Kato, Y. and Yashiro, T., 1998, "Design and Mechanical Properties of New β Type Titanium Alloys for Implant Materials," *Mat. Sci. Eng. A*, Vol. 243, pp. 244~249.
- (3) Iwahashi, Y., Horita, Z., Nemoto, M. and Langdon, T.G., 1998, "The Process of Grain Refinement in Equal-Channel Angular Pressing," *Acta Mater.*, Vol. 46, pp. 3317~3331.
- (4) Iwahashi, Y., Furukawa, M., Horita, Z., Nemoto, M. and Langdon, T.G., 1998, "Microstructural Characteristics of Ultrafine-Grained Aluminum Produced Using Equal-Channel Angular Pressing," *Metal. Mat. Trans.*, Vol. 29A, pp. 2245~2252.
- (5) Kim, H.K., Choi, M.I., Chung, C.S. and Shin, D.H., 2002, "Fatigue Crack Growth Behavior in Ultrafine Grained Low Carbon Steel," *KSME Int. J.*, Vol. 16, No. 10, pp. 1246~1252.
- (6) Vinogradov, A.Y., Stolyarov, V.V., Hashimoto, S. and Valiev, R.Z., 2001, "Cyclic Behavior of Ultrafine-Grain Titanium Produced by Severe Plastic Deformation," *Mater. Sci. Eng., A*, Vol. 318, pp. 163~173.

- (7) Valiev, R.Z., Kozlov, E.V., Ivanov, Y.F., Lian, J., Nazarov, A.A. and Baudelet, B., 1994, "Deformation Behavior of Ultrafine-Grained Copper," *Acta Metall. Mater.*, Vol. 42, pp. 2467~2475.
- (8) Vinogradov, A., Nagasaki, S., Patian, V., Kitagawa, K. and Kawazoe, N., 1999, "Fatigue Properties of Fine Grain 5056 Al-Mg Alloy Processed by Equal-Channel Angular Pressing," *NanoStructured Mater.*, Vol. 11, pp. 925~934.
- (9) Kim, H.K., Lee, Y.I. and Chung, C.S., 2005, "Fatigue Properties of a Fine Grained Magnesium Alloy Produced by Equal Channel Angular Pressing," *Scripta Mater.*, Vol. 52, pp. 473~477.
- (10) Stolyarov, V.V., Alexandrov, I.V., Kolobov, Y.R., Zhu, M., Zhu, Y. and Lowe, T., 1999, in *Proc. Of the 7th Int. Fatigue Congress*, Beijing, P.R. China (Eds: X.R. Wu, Z.G. Wang); Higher Education Press, Beijing, China, p. 1345.
- (11) Vinogradov, A. and Hashimoto, S., 2003, "Fatigue of Severely Deformed Metals," *Adv. Eng. Mater.*, Vol. 5, pp. 351~358.
- (12) Turner, N.G. and Roberts, W.T., 1968, "Fatigue Behavior of Titanium," *Trans AIME*, Vol. 242, pp. 1223~1230.
- (13) Hu, Z. and Cao, S., 1994, "Relationship between Fatigue Notch Factor and Strength," *Eng. Fract. Mech.*, Vol. 48, pp. 127~136.
- (14) Bouce, B.L. and Ritchie, R.O., 2001, Effect of Load Ratio and Maximum Stress Intensity on the Fatigue Threshold in Ti-6Al-4V," *Eng. Fract. Mech.*, Vol. 68, pp. 129~147.
- (15) Chung, C.S., Kim, J.K., Kim, H.K. and Kim, W.J., 2002, "Improvement of High-Cycle Fatigue Life in a 6061 Al Alloy Produced by Equal Channel Angular Pressing," *Mat. Sci. Eng. A*, Vol. 337, pp. 39~44.