

타이타늄 중공마더빌렛 주조재의 열처리공정 최적화 연구

윤창석* · 박양균* · 이형욱** · 이동근*†

*순천대학교 신소재공학과, **피디텍

Study for Heat Treatment Optimization of Titanium Hollow Casted Billet

Chang-Suk Youn*, Yang-Kyun Park*, Hyung-Wook Lee**, Dong-Geun Lee*†

*Materials Metallurgical Engineering, Suncheon National University, Suncheon 57922, Korea

**PDTEC Co., Ltd., 5 Jechel-ro Gwangyang-eup, Gwangyang-si 57749, Korea

Abstract α -titanium alloy has a relatively low heat treatment characteristic and it is mainly subjected to heat treatment for residual stress, recovery or dynamic recrystallization. In this study, commercially pure titanium hollow castings was fabricated by gravity casting. Heat treatments were carried out at 750°C, 850°C and 950°C to investigate the effect of post-heat treatment on microstructure and mechanical properties. Beta-transus temperature (T_{β}) was about 913°C, and equiaxed microstructure was shown at temperature below T_{β} and lath-type microstructure at temperature above T_{β} . Microstructure and mechanical properties did not show any significant difference in the direction of solidification for titanium hollow billet, so it can be seen that it was a well-made material for extrusion process. The optimum heat treatment condition of hollow billet castings for the seamless tube production was 850°C, 4 hr, FC, indicating a combination of equiaxed microstructure and appropriate mechanical properties.

(Received February 18, 2019; Revised March 7, 2019; Accepted March 14, 2019)

Key words : Titanium, Hollow billet, Gravity casting, Heat treatment, Extrusion process

1. 서 론

타이타늄은 높은 비강도와 내열성, 우수한 내식성 및 낮은 탄성계수 등의 뛰어난 특성 때문에 해양담수설비, 해양플랜트, 자동차, 에너지, 의학 등 다양한 분야에서 사용되고 있으며, 우주/항공, 국방과 같이 특정 물성치가 요구되는 분야에서도 적용 비율이 급속히 증가하고 있다. 플랜트, 담수화 등의 설비 핵심 튜브소재로 타이타늄 및 구리계합금이 경쟁적으로 활용되고 있다[1-5].

순수 타이타늄은 조밀육방구조(HCP)를 갖는 α 타이타늄에 속하며 American Society for Testing and Materials(ASTM)에 의하여 산소와 철의 함량에 따라 네 가지 등급으로 분류된다. 이상적인 조밀육방구조의 축비(c/a ratio)는 1.633을 나타내는데 비해 타이타늄은 좀 더 작은 1.587을 나타낸다. 조밀육방구조로 인해 강한 소성 이방성을 나타내지만, 다

른 조밀육방구조 금속에 비해 좋은 연성을 나타낸다. α 타이타늄 합금은 열처리 특성이 비교적 낮으며, 잔류응력제거나 회복 또는 동적재결정 등을 목적으로 하는 열처리가 주로 수행된다. 다른 타이타늄 합금들에 비해 인장 강도가 비교적 낮지만, 고온에서 우수한 크리프 특성을 나타낸다[6-9].

상대적으로 저렴한 용접관은 용접부에서 부식에 취약하여 마모부식, 응력부식균열 등이 발생하게 되고 기계적 물성에 악영향을 미친다. 이에 제조비용이 많이 들어감에도 불구하고 타이타늄 심리스튜브의 수요가 꾸준히 증가하는 추세이다. 기존의 튜브 제조 공정에서는 홀 가공 및 테이퍼 가공으로 1차적인 소재 손실이 발생하고, 확관 공정에서 2차적인 소재 손실이 발생하게 되는데 이를 보완하고자 중간의 여러 공정들을 생략하여 재료회수율을 극대화할 수 있는 주조기술이 부각되고 있다[10, 11].

본 연구에서는 순수 타이타늄 소재를 이용하여 압

†Corresponding author. E-mail : leechodg@scnu.ac.kr
Copyright © The Korean Society for Heat Treatment

출공정을 통해 심리스튜브를 제조하기 위한 타이타늄 중공마더빌렛 주조재를 중력주조를 통해 제조하였다. 제조된 순수 타이타늄 중공마더빌렛 주조재는 β -변태 점온도(T_β) 이하와 이상의 온도에서 열처리를 수행하여 각각의 열처리 조건에 따른 미세조직학적 특징과 상온 기계적 특성을 평가하였다. 상관관계분석을 통해 요구되는 성능을 확보할 수 있는 효율적인 무게 목관 제조 공정을 위한 주조재의 건정성을 확인하였고 차후에 타이타늄 중공마더빌렛 주조재 열간 압출하기 위한 최적의 열처리 조건을 찾고자 하였다.

2. 실험방법

본 실험에서 사용된 순수 타이타늄 grade 2 소재의 화학성분을 Table 1에 나타내었으며, 순수 타이타늄 잉곳을 진공유도용해를 이용하여 용해시켜 중력

주조를 통해 외경 $\Phi 150$, 내경 $\Phi 50$ 의 크기를 갖는 타이타늄 중공마더빌렛 주조재를 제작하였다. Grade 2 소재의 T_β 약 913°C 의 이상과 이하의 온도인 750°C , 850°C , 950°C 3가지 온도에서 4시간씩 총 3가지 조건으로 설정하여 열처리 공정조건에 대해 실험을 수행하였고 열처리 후 노냉하였다.

주조재의 특성상 주조조직이 존재하기 때문에, 그에 따른 응고조직의 방향별 기초물성을 평가하기 위하여 응고조직의 수평방향과 수직방향으로 나누어 미소 경도를 측정하였다. 시편의 표면은 #2000까지 연마하였고, 마이크로 비커스 경도 측정기(Mitutoyo, HM-200)를 이용하여 500 gf의 하중으로 10초간 유지하면서 1 mm 간격으로 경도를 측정하였다. 상온인장 시험은 시편을 ASTM E8M subsize 규격으로 제조한 후에 만능재료시험기(Instron,5882)를 이용하여 항복강도, 인장강도, 연신율을 측정하였다.

Table 1. Chemical compositions of CP Ti (Grade 2)

Elements	C	Fe	N	O	H	Ti
wt.%	0.01	0.08	0.01	0.07	0.002	Bal.

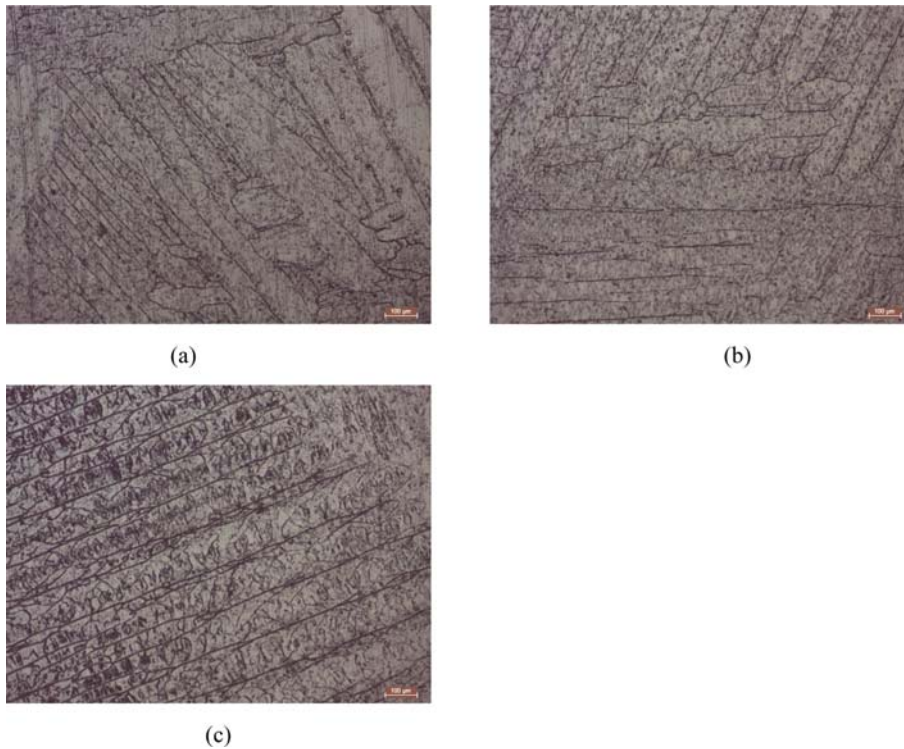


Fig. 1. Microstructures of gravity casted titanium; (a) center (b) middle (c) side ($\times 100$).

시편의 미세조직 관찰을 위하여 0.04 μm 단위까지 미세연마를 수행하였으며, Kroll 용액(H_2O 100 ml + HNO_3 2 ml + HF 2 ml)으로 수~수십 초간 에칭하여 광학현미경으로 각 시편들의 미세조직을 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

타이타늄의 열처리는 대부분 비평형 및 준평형 상

태로 진행되기 때문에 열처리분위기와 온도, 유지시간, 냉각방법 등에 의해 다른 미세조직이 나타나며 그에 따라 기계적 특성을 다양하게 제어할 수 있다. Fig. 1은 중력주조 후 열처리하지 않은 시편의 미세조직을 나타낸다. center부, middle부, side부로 나누어 관찰한 결과 전형적인 주조조직이 나타났다. Middle부와 center부에서 columnar zone이 뚜렷하게 관찰되었으며, side부에서 chilled zone이 일부 관찰되었다.

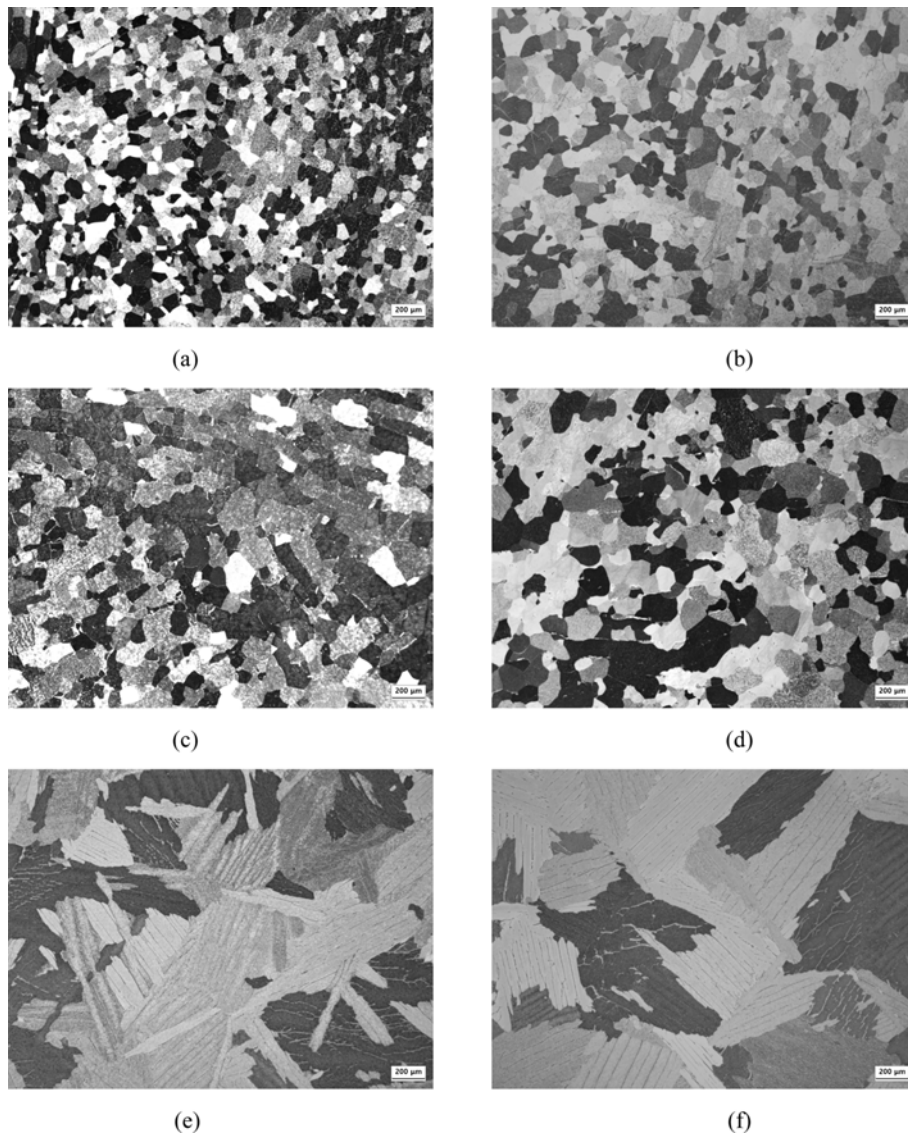


Fig. 2. Optical micrographs of the heat-treated CP Ti samples for (a) 750°C, vertical (b) 750°C, horizontal (c) 850°C, vertical (d) 850°C, horizontal (e) 950°C, vertical (f) 950°C, horizontal ($\times 50$).

차후 압출공정에 있어 columnar zone의 방향성은 기계적 성질의 방향성과 연관이 있으므로 주조된 재료를 바로 사용하게 되면 물성에 이방성이 발생하므로 이 조직을 열처리로 제거해 주기 위해서 750°C, 850°C, 950°C 각각의 온도에서 4시간씩 열처리를 수행한 후에 노냉한 시편들의 응고조직에 대해 수직방향과 수평방향으로 나누어 미세조직을 관찰하였고 Fig. 2에 나타냈다. T_β 이하의 온도인 750°C와 850°C에서 열처리된 시편의 경우 등축정 조직을 나타냈으며 planimetric procedure에 의해 결정립 크기를 측정한 결과, 750°C일 때 결정립 크기는 약 150 μm , 850°C일 때 결정립 크기는 약 180 μm 로 열처리 온도가 750°C에서 850°C로 증가함에 따라 증가하였다. 반면에, T_β 이상의 온도인 950°C에서 열처리된 시편의 경우 T_β 이하의 온도에서 나타나는 등축정 조직이 아닌 약 51 μm 의 lath 너비, 약 829 μm lath 길이를 나타내는 좁은 space를 갖는 lath-type의 미세조직을 나타냈다. 이것은 T_β 이상의 온도인 950°C에서 α 상 영역으로 천천히 노냉이 진행됨에 따라 α 상과 함께 미량의 β 안정화 원소에 의한 β 상이 교대로 형성되어 lamellar형태의 미세조직을 나타낸 것이다. 상기 온도조건들의 경우 열처리 온도에 관계없이 모든 시편에서 응고조직의 수직방향과 수평방향에 대해 방향성에 관계없이 동일한 조직을 나타내어 양질의 심리스튜브 압출공정을 위한 균질한 미세조직을 갖는 것을 확인할 수 있었다.

후 열처리에 따른 상온 기계적 특성을 분석하기 위하여 상온 인장 시험과 미소 경도를 측정하였다. 열처리온도에 따른 중공마더빌렛 주조재의 상온 인장 특성을 Fig. 3과 4에 나타내었다. Fig. 3은 시편의 응력-변형률 곡선을 나타낸 것이며, Fig. 4는 곡선을 통해 얻어진 인장특성(항복강도, 인장강도, 연신율)을 정리한 것이다. 열처리를 수행하지 않은 시편에서는 인장강도 320 MPa, 항복강도 250 MPa, 연신율 12%로 다양한 온도에서 열처리된 시편의 경우에 비해 낮은 기계적 특성을 나타냈다. 열처리를 통하여서 항복강도는 약 14~50%, 인장강도는 약 21~51%, 100~233%까지 향상된 것을 알 수 있다. T_β 이상의 온도인 950°C에서 열처리된 시편에서는 lath space가 좁아 작은 effective grain size를 갖게 되고 그로 인해 다른 열처리조건과 비교하여 인장강도

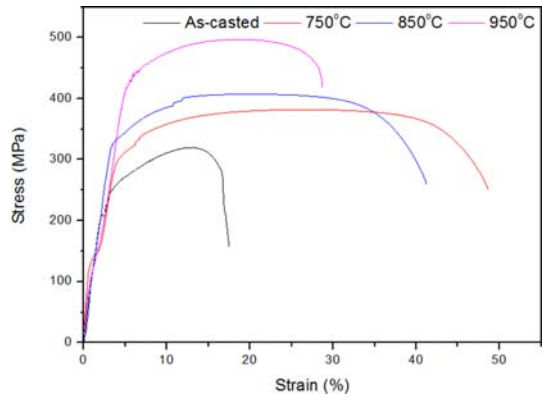


Fig. 3. Engineering strain-stress curves of the as-casted and heat-treated samples.

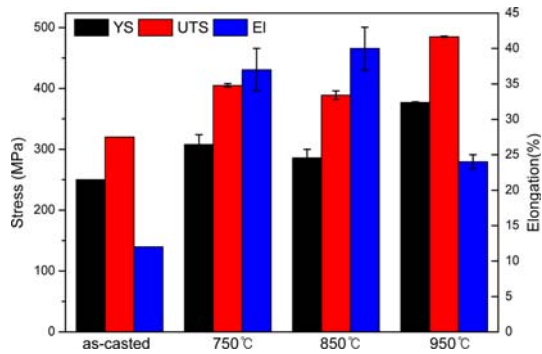


Fig. 4. Tensile properties of the as-casted and heat-treated samples.

485 MPa, 항복강도 377 MPa로 가장 높은 강도를 나타내는 반면에 lath-type의 미세조직이므로 등축정 조직보다 낮은 연신율인 24%를 나타냈다. T_β 이하의 온도인 750°C, 850°C에서 열처리된 시편은 동일하게 등축정 조직을 나타내고 열처리온도가 증가함에 따라 결정립이 성장하여 항복 강도는 약 7% 인장 강도는 약 4% 감소하였다. 이것은 평균 결정립의 크기가 증가함에 따라 강도가 낮아지는 Hall-Petch equation($\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$, σ_y 는 인장강도, d 는 결정립 크기)에 의한 것으로 판단된다[1].

중공마더빌렛 주조재의 균질성을 평가하기 위해 응고조직방향에 따라 수직방향과 수평방향에 대해 각각 시편에서 x축 방향과 y축 방향으로 미소 경도를 측정하였다. Fig. 5는 열처리를 수행한 온도에 따른 경도 값을 보여주는 그래프이다. 열처리를 하지 않은 시편에서 chilled zone을 나타내는 side부에서는 매

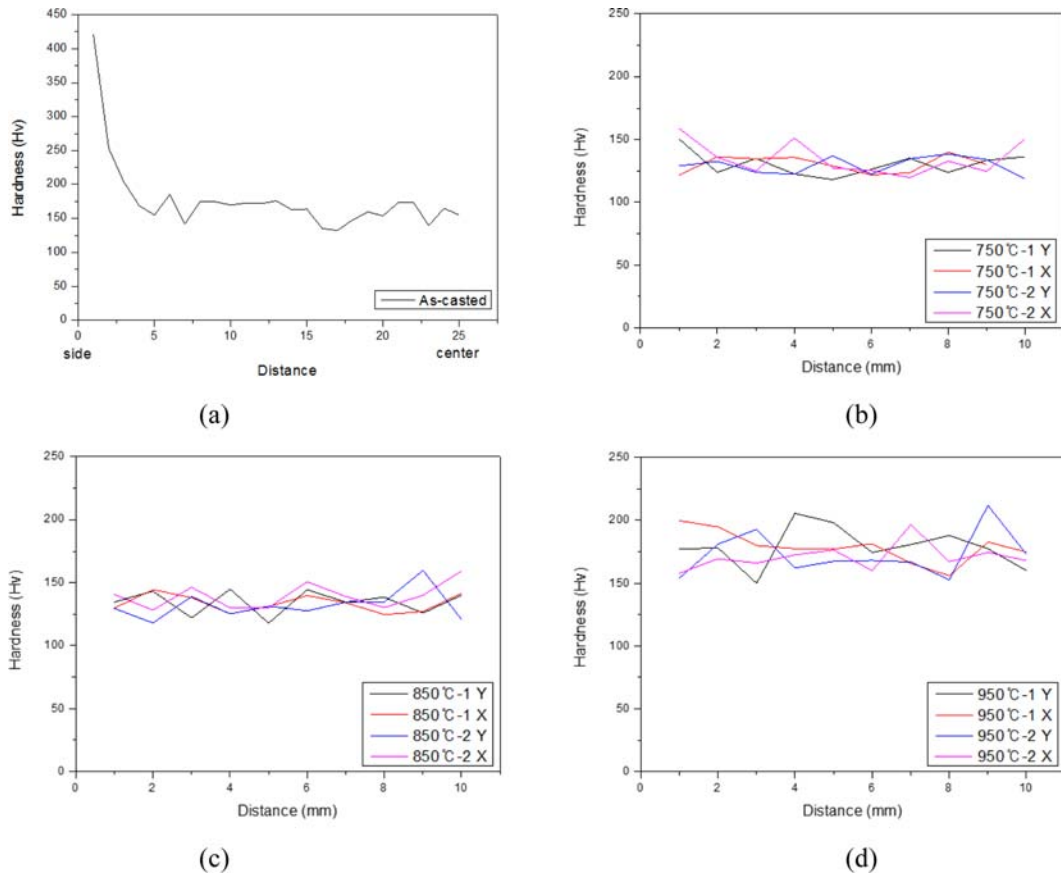


Fig. 5. Vickers hardness variation of CP Ti with different heat treatments; (a) as-casted, (b) 750°C, (c) 850°C, and (d) 950°C.



Fig. 6. Schematic diagram of new seamless tube manufacturing process.

우 높은 경도 값을 나타냈으며, columnar zone을 나타내는 center부에서는 평균적으로 162 Hv의 경도 값을 나타냈다. 등축정 조직을 나타내는 750°C와 850°C의 열처리 조건에서는 방향에 따른 경도 편차가 나타나지 않았다. 750°C와 850°C의 경도값은 각

각 131.2 Hv, 136.7 Hv로 큰 차이가 나지 않고 비슷한 경도값을 나타낸다. Lath-type의 미세조직을 나타내는 950°C의 열처리 조건에서는 다른 열처리 조건과 달리 경도 편차가 다소 나타나는데 이것은 좁은 lath 형태의 미세조직을 나타내어 생기는 것으

로 판단되며 175.6 Hv의 경도값을 나타내어 다른 조건에서보다 높은 경도값이 측정되었다. 경도 경향에 있어서 모든 열처리 조건에서 방향성에 대해 큰 차이가 없는 것으로 보아 모든 시편에서 균질하게 제조된 양호한 중공마더튜브 구조재임을 확인할 수 있었다.

Fig. 6은 타이타늄 심리스 튜브의 '홀/테이퍼, 확관 기존 공정'과 '공정단축형 복합성형공정'의 개략도를 나타낸 것이다. 상기와 같이 본 연구를 통해 심리스 튜브 압출을 위한 최적의 열처리 조건을 선정하여 양호한 중공마더튜브 구조재를 이용한 혁신공정을 정립함으로써 기존의 보링, 가열, 확관 공정을 대체하여 타이타늄 심리스 튜브 시제품을 성공적으로 제조할 수 있었으며, 향후에 본 열구결과가 산업현장에서 심리스 튜브를 제조하는 데 매우 유용한 자료로 사용될 것이다.

4. 결 론

중력주조를 통해 제조된 타이타늄 중공마더빌렛 구조재를 압출하기 위한 최적의 후처리 공정조건을 선정하기 위해 열처리를 수행한 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1. 중력주조를 수행한 시편에서는 뚜렷한 응고조직이 나타났지만 열처리를 통해 방향에 상관없이 균질한 미세조직을 갖는 양질의 중공마더빌렛 구조재를 제조할 수 있었다. T_{β} 이하의 온도인 750°C와 850°C에서는 등축정 조직을 나타내었고, T_{β} 이상의 온도인 950°C에서는 좁은 lath-type의 미세조직을 나타내었다.

2. T_{β} 이하의 온도인 750°C와 850°C에 비해 950°C에서 가장 높은 항복강도와 인장강도를 나타냈으며, 또한 열처리를 하지 않은 구조재와 비교하여 향상된 인장특성과 균질한 미세조직 특성을 나타내었다.

3. 경도 특성은 모든 열처리 조건에서 방향성에 큰 차이가 나타나지 않았으며, 인장특성과 마찬가지로

T_{β} 이상의 열처리 조건에서 가장 우수한 경도특성을 나타내었다. 반면, 양호한 심리스 튜브 제조공정을 위해서는 등축정 미세조직을 갖으며 적절한 기계적 특성을 나타내는 850°C, 4시간, 노냉이 가장 적절한 조건이라 할 수 있다.

후 기

본 논문은 2018년도 산업통상자원부(MOTIE)의 재원으로 한국산업기술평가관리원(KEIT)의 산업핵심기술개발사업(과제번호: 10063269)과 한국산업기술진흥원(KIAT)의 산업전문인력역량강화사업(과제번호: P0002019)의 연구지원으로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

References

1. T. Y. Kim, K. R. Lim, Y. T. Lee, K. M. Cho and D-G. Lee : Kor. J. Mater. Res. **25** (2015) 636-641.
2. Z. Y. Zhang, H. Yang, H. Li, N. Ren and D. Wang : Mater. Sci. Eng. A **569** (2013) 96-105.
3. F. Song, H. Yang, H. Li, M. Zhan and G. Li : Chin. J. Aeronaut **26** (2013) 1336-1345.
4. H. M. Shalaby, H. Al-Mazeedi, H. Gopal and N. Tanoli : Eng. Fail. Anal **18** (2011) 1990-1997.
5. C. S. Youn, Y. K. Park, J. H. Kim, S. C. Lee and D-G. Lee : J. of the Korean Society for Heat Treatment **30** (2017) 279-284.
6. I. Weiss and S. L. Semiatin : Mater. Sci. Eng. A **263** (1999) 243-256.
7. S. Nemat-Nasser, W. G. Guo and J. Y. Cheng : Acta mater. **47** (1999) 3705-3720.
8. Y. J. Hwang, Y. K. Park, C. L. Kim, J. Y. Kim and D-G. Lee : J. of the Korean Society for Heat Treatment **29** (2016) 220-226.
9. C. L. Li, D-G. Lee, X. J. Mi, W. J. Ye, S. X. Hui and Y. T. Lee : J. Alloy. Compd. **549** (2013) 152-157.
10. M. S. J. Hashmi : J. Mater. Process. Technol **179** (2006) 5-10.
11. Y. B. Lim and J. M. Yoon : J. of the Korean Society for Heat Treatment **30** (2017) 207-214.