



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

| | | |
|--|-------------------------------------|--|
| (51) 。 Int. Cl. B82B 3/00 (2006.01) | (45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자 | 2007년01월09일 10-0666478 2007년01월03일 |
|--|-------------------------------------|--|

| | | | |
|----------------------------------|---|------------------------|--------------------------------|
| (21) 출원번호 (22) 출원일자 심사청구일자 | 10-2005-0007872 2005년01월28일 2005년01월28일 | (65) 공개번호 (43) 공개일자 | 10-2006-0087077 2006년08월02일 |
|----------------------------------|---|------------------------|--------------------------------|

(73) 특허권자 학교법인 포항공과대학교
 경북 포항시 남구 효자동 산31번지

 포항공과대학교 산학협력단
 경상북도 포항시 남구 효자동 산31

(72) 발명자 고영건
 광주 북구 중흥2동 모아아파트 108동 603호

 이중수
 경북 포항시 남구 지곡동 교수아파트 8동 803호

 신동혁
 서울 강남구 대치1동 선경아파트 12동 905호

(74) 대리인 유미특허법인

| | |
|---|--|
| (56) 선행기술조사문헌 JP2000288675 A KR1020020093403 A * 심사관에 의하여 인용된 문헌 | KR1020010044765 A KR1020050024735 A |
|---|--|

심사관 : 이영재

전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 저온 초소성 나노 결정립 티타늄 합금 및 이의 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 티타늄 합금재료에 구속전단가공(ECAP)을 수행하여 우수한 특성을 갖는 나노 결정립 티타늄 합금을 제조하는 방법 및 이에 의해 제조된 나노 결정립 티타늄 합금에 관한 것이다. 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법은, 티타늄 합금재료를 구속전단가공 장치의 절곡된 채널(channel)에 투입하여 가공한다. 이를 좀더 상세히 설명하면, 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄의 제조 방법은 티타늄 합금재료에 등은 조건의 구속전단가공을 적어도 2회 수행한다. 여기서 두번째 이후의 구속전단가공을 할 때 이전의 구속전단가공에 대해 상기 채널 투입구의 중심을 지나는 중심축을 기준으로 회전된 상태로 상기 티타늄 합금재료를 투입하여 가공한다.

대표도

도 2

특허청구의 범위

청구항 1.

티타늄 합금재료를 구속전단가공(ECAP) 장치의 절곡된 채널(channel)에 투입하여 가공함으로써 나노 결정립 티타늄 합금을 제조하는 방법에 있어서,

티타늄 합금재료에 등온조건의 구속전단가공을 적어도 2회 수행하며, 두번째 이후의 구속전단가공 시에는 이전의 구속전단가공에 대해 상기 채널 투입구의 중심을 지나는 중심축을 기준으로 회전된 상태로 상기 티타늄 합금재료를 투입하여 가공하는 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법.

청구항 2.

제 1 항에 있어서,

상기 각 구속전단가공 시의 회전각도가 실질적으로 180°인 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법.

청구항 3.

제 2 항에 있어서,

상기 구속전단가공을 짝수의 횟수로 수행하는 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법.

청구항 4.

제 1 항에 있어서,

상기 구속전단가공은 575℃ 내지 625℃의 등온 조건에서 이루어지는 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법.

청구항 5.

제 4 항에 있어서,

상기 티타늄 합금재료를 575℃ 내지 625℃로 7분 30초 내지 12분 30초간 유지하는 예열 단계를 선행하는 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법.

청구항 6.

제 1 항에 있어서,

상기 구속전단가공 시의 총 유효 변형량은 4 내지 8의 범위에 속하는 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법.

청구항 7.

제 1 항에 있어서,

상기 구속전단가공 시의 가공속도가 1.3 mm/s 내지 2 mm/s의 범위에 속하는 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법.

청구항 8.

제 1 항에 있어서,

상기 티타늄 합금재료는 티타늄을 주성분으로 하고 중량 %로 알루미늄 6%, 바나듐 4% 및 기타 불순물을 포함하는 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법.

청구항 9.

제 8 항에 있어서,

상기 티타늄 합금재료는 초기 미세조직이 등축정조직 또는 층상조직인 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법.

청구항 10.

제 1 항 내지 제 9 항 중 어느 한 항에 의해 제조되어 결정립의 크기가 200 내지 300 nm 인 나노 결정립 티타늄 합금.

청구항 11.

제 10 항에 있어서,

상기 나노 결정립 티타늄 합금은 알파상과 베타상이 혼재하며, 상기 베타상이 분절되어 티타늄 합금 전체에 분포되는 나노 결정립 티타늄 합금.

청구항 12.

제 10 항에 있어서,

상기 나노 결정립 티타늄 합금의 최대 연신율이 300 % 이상인 나노 결정립 티타늄 합금.

청구항 13.

제 10 항에 있어서,

상기 나노 결정립 티타늄 합금의 변형속도 민감도 지수가 0.4 이하인 나노 결정립 티타늄 합금.

청구항 14.

제 10 항에 있어서,

상기 나노 결정립 티타늄 합금의 초소성 가공 온도는 575 °C 내지 725 °C인 나노 결정립 티타늄 합금.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 나노 결정립 티타늄 합금 및 이의 제조 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 티타늄 합금재료에 구속전단가공(equal channel angular pressing ; ECAP, 이하, ECAP이라 한다.)을 수행하여 우수한 특성을 갖는 나노 결정립 티타늄 합금을 제조하는 방법 및 이에 의해 제조된 나노 결정립 티타늄 합금에 관한 것이다.

티타늄 합금은 대표적인 경량금속으로 높은 비강도 및 우수한 내식성을 가지므로 항공우주용 재료, 화학공업용 재료, 생체 이식 재료 및 스포츠용품 재료 등 다양한 분야에 널리 적용될 수 있다. 이러한 티타늄 합금은 초소성 특성을 구비하므로 초소성 성형을 수행하여 개체 중량 및 가공 비용을 절감시킬 수 있다. 따라서, 티타늄 합금을 각 산업 분야에 적용시 큰 부가가치를 창출할 수 있다.

티타늄 합금은 일반적으로 850 °C 이상의 높은 가공온도에서 10⁻³/초 이하의 가공속도로 가공하여야만 초소성 성형이 가능한 것으로 알려져 있다. 그러나, 초소성 특성은 미세구조에 큰 영향을 받기 때문에 미세한 결정립으로 이루어지는 티타늄 합금은 종래보다 낮은 가공온도 또는 빠른 가공속도에서 초소성 성형이 가능하다. 이에 따라, 나노 기술의 발달과 함께 미세한 결정립을 갖는 티타늄 합금의 제조 방법에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다.

한편, 미세한 결정립을 갖는 재료를 제조하기 위한 방법으로 분말야금, 기계적 합금화, 급속 응고, 재결정, 단조, 압연 및 인발 등의 방법이 있다. 그러나, 이러한 방법은 충분한 크기를 갖는 재료를 제조하는데 어려움이 있고 내부에 많은 양의 기공이 형성될 수 있다. 또한, 재결정 결정립의 크기가 제한되거나 변형량의 증가에 따라 단면적이 줄어들어 큰 변형량을 부여할 수 없어 결정립 미세화에 일정한 한계가 있다. 따라서, 이러한 방법으로 결정립을 미세화하는 것은 실제 적용에 어려움이 있었다.

최근 별도의 열처리 없이 심한 소성 가공을 하여 내부에 기공을 발생시키지 않으면서 결정립을 미세화하는 강소성 가공 방법 등이 제시되었다. 이러한 강소성 가공방법으로는 HPT(high pressure torsion), ECAP(equal channel angular pressing) 등이 있다.

HPT 가공 방법은 높은 압력 하에서 전단 변형하는 방법으로, 이는 상온에서 빠른 속도로 가공이 가능한 반면 재료 크기에 제한이 있고 재료의 두께 및 미세조직이 불균일한 문제가 있다.

ECAP 가공 방법은 L 자형 채널에 재료를 투입하여 재료를 전단변형시키는 방법으로, 기존의 프레스 설비를 이용하여 성형이 가능하며 스케일 업이 가능하여 경제적이다. 또한, 가공량이 증가하더라도 재료의 단면적이 감소하지 않으므로 재료에 큰 변형량을 부여할 수 있다.

그런데, 티타늄 합금은 가공온도가 높고 변형량의 증가에 따라 유동응력이 감소하기 때문에 ECAP 가공 시 표면에 극심한 균열이 발생하는 문제가 있다. 따라서, 이러한 ECAP 가공을 수행하여 나노 미터 수준의 결정립을 가지는 티타늄 합금을 제조하는데 어려움이 있었다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명은 상기의 문제점을 해결하기 위한 것으로, 본 발명의 목적은 균열 없는 미세한 결정립으로 이루어져 낮은 온도에서 초소성 가공이 가능한 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법 및 이에 의해 제조된 나노 결정립 티타늄 합금을 제공하는 것이다.

발명의 구성

상기의 목적을 달성하기 위하여 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법은, 티타늄 합금재료를 ECAP(equal channel angular pressing) 장치의 절곡된 채널(channel)에 투입하여 가공한다. 이를 좀더 상세히 설명하면, 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄의 제조 방법은, 티타늄 합금재료를 준비하는 준비 단계, 및 상기 티타늄 합금재료에 적어도 2회의 ECAP 가공을 등은 조건에서 수행하는 ECAP 단계를 포함한다. 여기서 ECAP 가공 단계에서는, 두번째 이후의 ECAP 가공할 때 이전의 ECAP 가공에 대해 상기 채널 투입구의 중심을 지나는 중심축을 기준으로 회전된 상태로 상기 티타늄 합금 재료를 투입하여 가공한다.

상기 ECAP 가공 단계에서는 상기 각 ECAP 가공 시에 회전각도가 실질적으로 180°일 수 있고, 상기 ECAP 가공을 짝수의 횟수로 수행할 수 있다.

상기 ECAP 가공 단계는 575℃ 내지 625℃의 등은 조건에서 1.3 mm/s 내지 2 mm/s 의 가공 속도로 가공할 수 있다. 이 때, 티타늄 합금재료에 총 4 내지 8의 유효 변형량을 부여할 수 있다. 그리고, 상기 준비 단계와 상기 ECAP 가공 단계 사이에, 상기 티타늄 합금재료를 575℃ 내지 625℃로 7분 30초 내지 12분 30초간 유지하는 예열 단계를 포함할 수 있다.

상기 준비 단계에서는, 티타늄을 주성분으로 하고 중량 %로 알루미늄 6%, 바나듐 4% 및 기타 불순물을 포함하는 티타늄 합금재료를 준비할 수 있다. 이 때, 상기 티타늄 합금재료의 미세조직은 등축정조직 또는 층상조직일 수 있다.

한편, 본 발명의 나노 결정립 티타늄 합금은 결정립의 크기가 200 내지 300 nm 일 수 있고, 알파상과 베타상이 혼재하며 상기 베타상이 분절되어 전체에 분포될 수 있다.

상기 나노 결정립 티타늄 합금은 최대 연신율이 300 % 이상이고, 변형속도 민감도 지수가 0.4 이하일 수 있고, 상기 나노 결정립 티타늄 합금의 초소성 가공 온도가 575 °C 내지 725 °C일 수 있다.

이하, 첨부한 도면을 참조하여 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법에 대해 상세하게 설명한다.

도 1은 본 발명의 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법에 적용되는 ECAP 장치의 일례를 도시한 개략도이다. 도 2는 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법을 도시한 흐름도이고, 도 3은 본 발명의 ECAP 가공 단계에서의 가공 방법을 개략적으로 도시한 사시도이다.

도 1을 참고하면, ECAP 장치(10)는 체결부재(미도시)에 의해 유압 프레스 장치(미도시)에 고정 설치되며, 일례로 'L'자 형을 이루며 절곡되어 형성되는 채널(12)을 구비한다. 이러한 채널(12)에 티타늄 합금재료(20)를 투입하여 유압 프레스 장치(미도시)의 플런저(14)가 티타늄 합금재료(20)에 압력을 가함으로써 절곡된 채널(12)을 통과하도록 한다. 절곡된 채널(12)을 통과하면서 티타늄 합금재료(20)가 전단 변형된다. 이러한 ECAP 장치에서는 가공 시 단면적이 변화하지 않으므로 매우 높은 변형량을 재료에 부여하는 것이 가능하다.

채널(12)의 절곡 정도에 따라 1회 ECAP 가공 시의 유효 변형량을 조절할 수 있고, ECAP 가공의 반복 수행에 따라 총 유효 변형량도 그 배수에 따라 증가하게 된다. 일례로 채널(12)의 절곡되는 부분의 내측 접촉각(θ)이 90°, 외측 원호의 각도(ψ)는 40°인 ECAP 장치를 사용하여 1회의 ECAP 가공으로 유효 변형량이 1의 가공량을 초과할 수 있다.

본 발명에서 적용되는 ECAP 장치에는 가열부재(미도시), 온도측정부(미도시)등이 구비되어 ECAP 가공의 온도가 쉽게 제어될 수 있으며, 또한 ECAP 가공이 등은 조건에서 수행될 수 있다.

여기서, ECAP 장치에 대해서는 본 발명에 관련되는 부분에 대해서만 도시하고 설명하였으며 본 발명과의 관련성이 적은 부분에 대해서는 도시 및 설명을 생략하였다. 그리고, 도면에 도시한 ECAP 장치는 단지 본 발명을 예시하기 위한 것이며 본 발명이 여기에 한정되는 것은 아니다. 따라서 본 발명에서는 다른 구조의 ECAP 장치가 사용될 수 있으며 이 또한 본 발명의 범위에 속한다.

도 2를 참조하면, 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법은 티타늄 합금재료를 준비하는 준비 단계(S11), 이러한 티타늄 합금재료를 예열하는 단계(S12), 및 575℃ 내지 625℃의 등은 조건에서 ECAP 가공을 하는 ECAP 가공 단계(S13)를 포함한다. 본 명세서에서, 티타늄 합금재료라 함은 본 발명의 ECAP 가공 단계를 수행하지 않은 티타늄 합금을 지칭하며, 나노 결정립 티타늄 합금이라 함은 본 발명의 ECAP 가공 단계를 수행한 티타늄 합금을 지칭한다.

이를 좀 더 상세히 설명하면, 먼저 티타늄 합금재료를 준비(S11)한다. 이 때, 티타늄 합금의 적용 분야 등을 고려하여 다양한 조성을 가지는 티타늄 합금재료를 준비할 수 있으며, ECAP 장치의 채널 단면 형태에 따라 다양한 형태를 가지는 티타늄 합금재료를 준비할 수 있다.

본 발명에서는 일례로 티타늄(Ti)을 주성분으로 하고 강도와 인성을 증가를 위해 중량 %로 6%의 알루미늄(Al), 4%의 바나듐(V)이 포함된 티타늄 합금재료를 준비할 수 있다. 여기서, 알루미늄의 양은 전단변형 중 재료를 취약하게 할 수 있는 Ti_3Al 의 형성을 방지할 수 있도록 결정된 것이고, 바나듐의 양은 고온에서부터의 냉각 시에 발생할 수 있는 편린 현상을 방지할 수 있도록 결정된 것이다. 이러한 조성을 갖는 티타늄 합금재료는 고온에서의 강도가 우수하고 가공성이 우수하여 다양한 분야에 적용이 가능하다.

그리고, 티타늄 합금재료는 알파(α)상과 베타(β)상이 혼재되어 형성되며, 등축정조직 또는 베타상이 알파상 사이에서 얇은 띠 형태로 형성되는 층상조직 등 다양한 초기 미세조직을 가질 수 있다. 등축정조직은 알파상과 베타상이 혼재된 영역에서 열처리한 후 냉각시킴으로써 형성될 수 있고, 층상조직은 베타상의 변태점 이상의 온도에서 열처리한 후 냉각시켜 핵생성 및 오토카탈리틱(auto-catalytic) 성장 기구에 의해 형성될 수 있다. 층상조직의 형성 시 상기 열처리 시간에 따라 콜로니의 크기를 제어할 수 있고 냉각 속도에 따라 층간 간격을 제어할 수 있다.

다음으로, 티타늄 합금재료를 575°C 내지 625°C의 등온 조건에서 7분 30초 내지 12분 30초간 유지(S12)한다. 이는 ECAP 가공 온도와 동일한 온도 범위로써, ECAP 가공의 수행 중에 티타늄 합금재료 내부가 균일한 온도를 가질 수 있도록 하여 등온 조건에 의한 효과를 더욱 향상시키는 역할을 한다.

본 발명에서 사용되는 ECAP 장치는 가공온도의 제어가 가능하며 등온 조건을 수행할 수 있으므로 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄 합금에서는 이러한 예열 단계를 ECAP 장치에서 수행할 수 있다. 이로써, 공정을 단순화하면서 상기의 예열의 효과를 보다 효과적으로 구현할 수 있다. 그러나, 본 발명은 이에 한정되는 것이 아니고 별도의 장치 또는 공정을 통해 티타늄 합금재료를 예열하는 것도 가능하고 이 또한 본 발명의 범위에 속한다.

이어서, 티타늄 합금재료에 575°C 내지 625°C 범위의 등온 조건에서 ECAP 가공을 수행(S12)한다. ECAP 가공의 가공온도가 625°C를 초과하는 경우에는 ECAP 장치가 변형되거나 티타늄 합금재료의 결정립이 성장하는 문제 등이 발생할 수 있다. 그리고, ECAP 가공의 가공온도가 575°C 미만인 경우에는 고온용 재료인 티타늄 합금재료의 가공에 어려움이 있어 균열이 발생할 수 있다. 즉, 이러한 ECAP 가공의 온도 조건은 티타늄 합금의 결정립을 효과적으로 미세화하면서 티타늄 합금에 균열이 발생하지 않는 최적의 온도로 결정된 것이다.

이 때, ECAP 가공의 가공속도는 1.3 mm/s 내지 2 mm/s 의 범위에 속할 수 있다. ECAP 가공의 가공속도가 2 mm/s를 초과하는 경우에는 반복적인 ECAP 가공에 의해 균열이 발생할 수 있고, 가공속도가 1.3 mm/s 미만인 경우에는 ECAP 가공에 소요되는 시간이 너무 길어 공정 효율이 저하될 수 있다. 즉, 본 발명에서의 가공 속도는 티타늄 합금재료에 균열을 발생시키지 않으면서 ECAP 가공의 공정 시간을 최적화할 수 있는 조건으로 결정된 것이다.

그리고, ECAP 가공 시에는 적절한 유효 변형량을 부여하기 위하여 적어도 2회의 ECAP 가공을 수행할 수 있고, 이에 따라 티타늄 합금재료에 부여되는 총 유효 변형량이 4 내지 8 의 범위에 속하도록 할 수 있다.

그리고, 도 3을 참조하면, 본 발명에서는 두번째 이후의 ECAP 가공에서는 이전의 ECAP 가공에 대해 채널(12) 투입구(121)의 중심(C)을 지나는 중심축(L)을 기준으로 소정의 각도로 회전된 상태로 티타늄 합금재료(20)를 채널(12)에 투입하여 가공한다.

이 때, 본 발명에서 각 ECAP 가공에서 티타늄 합금재료(20)가 회전되는 각도는 실질적으로 180°일 수 있다. 즉, 첫 번째 ECAP 가공에서는, 도 3의 (a)에 도시한 바와 같이, 티타늄 합금재료(20)에 존재하는 임의의 가상점(A)이 채널(12)의 절곡부 외측(12b)을 지나도록 티타늄 합금재료(20)를 채널(12)에 투입한다. 그리고, 두 번째 ECAP 가공에서는, 도 3의 (b)에 도시한 바와 같이, 상기 가상점(A)이 채널(12)의 절곡부 내측(12a)을 지나도록 위치시킨 상태에서 티타늄 합금재료(20)를 채널(12)에 투입한다. 본 발명에서는 이러한 ECAP 가공을 4회 반복 수행할 수 있다.

이러한 과정에서 첫 번째 ECAP 가공에 의해 변형된 티타늄 합금 재료(20)는 두 번째 ECAP 가공 이후에 원래의 형상을 가진다. 첫 번째 ECAP 가공에 의해 변형이 하나의 전단면에 집중된 후 두 번째 ECAP 가공에 의해 변형을 하여 등축정의 나노 결정립을 얻을 수 있다. 즉, 짝수 횟수의 ECAP 가공을 통해 등축정의 나노 결정립을 가지는 티타늄 합금을 얻을 수 있다.

도면과 설명에서는 두 번의 ECAP 가공을 하는 것을 도시하고 설명하였으나 본 발명은 이에 한정되는 것이 아니고, 총 변형량 등을 고려하여 적어도 두 번의 ECAP 가공을 하는 경우에 본 발명의 범위에 속한다. 또한, 각 ECAP 가공에서 티타늄 합금재료의 회전 각도 및 이에 따른 ECAP 가공 횟수 또한 다양하게 조절될 수 있다.

상기의 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법에 따라 제조된 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄 합금은 200 nm 내지 300 nm의 크기의 결정립으로 이루어질 수 있다. 이는 티타늄 합금에 적절한 조건에서 ECAP 가공을 함으로써 균열이 없는 미세한 결정립을 형성할 수 있기 때문이다. 그리고, 본 발명에 따라 제조된 나노 결정립 티타늄 합금은 티타늄 합금재료의 초기 미세조직이 등축정조직인 경우 뿐만 아니라 층상조직인 경우에도 나노 미터 수준의 결정립으로 이루어질 수 있다. 또한, 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄 합금은 높은 전위밀도를 가질 수 있다.

이 때, 본 발명에 따른 티타늄 합금에서는 강소성 변형을 수용하기 위하여 베타상이 분절되어 합금 전체에 균일하게 형성되어 알파상과 베타상의 경계가 많아진다. 알파상과 알파상 사이의 계면, 베타상과 베타상 사이의 계면에서보다 알파상과 베타상의 계면에서의 계면 슬라이딩(boundary sliding)이 더 우세하므로 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄 합금은 보다 높은 연신율을 나타낼 수 있다.

분절되는 베타상은 티타늄 합금 재료의 초기 미세조직에 따라 서로 다른 특성을 가지는데, 소정의 층상간격을 갖는 층상조직에서 베타상의 분절이 보다 많이 발생할 수 있다. 이에 따라 소정의 층상 간격을 갖는 층상조직에서는 낮은 응력으로 매우 높은 연신율 특성을 나타낼 수 있다. 즉, 본 발명에서는 종래에 낮은 연신율 특성 때문에 실제로 적용이 어려운 층상조직으로 이루어지는 티타늄 합금재료를 이용하여 더욱 우수한 연신율을 가지도록 할 수 있다.

일반적으로 변형속도 민감도가 0.45 이하인 경우에는 초소성 특성을 가질 수 없는 값으로 알려져 있지만, 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄 합금은 변형속도 민감도는 0.4 이하임에도 300% 이상의 우수한 연신율을 나타낸다. 따라서, 본 발명의 나노 결정립 티타늄 합금은 우수한 초소성 특성을 가지며 이는 마이크로 미터 수준의 결정립을 가지는 티타늄 합금에 비해 3 내지 8 배 향상된 결과이다. 이는 결정립 미세화에 따른 가공경화 현상에 따라 국부적인 넥(neck)의 성장이 저하되며, 알파상과 베타상의 계면이 많이 형성되어 계면 슬라이딩이 용이하기 때문이다.

또한, 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄 합금은 575℃ 내지 725℃의 온도에서 열적으로 안정하므로 이러한 온도 범위에서 초소성 가공이 가능하다. 즉, 본 발명의 나노 결정립 티타늄 합금은 온도 상승에 따라 재결정 및 결정립 성장에 의해 결정립이 조대화되는 문제가 억제된다.

그리고, 상기와 같이 본 발명의 나노 결정립 티타늄 합금은 초소성 온도가 575℃ 내지 725℃로써 종래의 초소성 가공 온도보다 150℃ 내지 300℃ 정도 낮은 수준이다. 이에 따라 본 발명에 따른 티타늄 합금은 고온에서의 금형 마모 및 수명 감소 등의 문제점을 저감시킬 수 있고, 결과적으로 초소성 가공의 공정 비용을 절감할 수 있다.

이하에서는 본 발명의 실시예를 설명하고 이러한 실시예에 따른 티타늄 합금을 보다 상세하게 설명한다. 이러한 실시예는 본 발명을 예시하는 것으로 본 발명이 이에 한정하는 것은 아니다.

실시예 1

중량 %로 6%의 알루미늄과 4%의 바나듐을 포함하는 티타늄 합금재료를 950℃에서 2시간 동안 열처리한 후 노냉하여 결정립 크기가 11 μ m 인 등축정 조직의 티타늄 합금재료를 준비하였다. 이러한 티타늄 합금재료의 광학현미경 사진을 도 4a에 도시하였다.

이러한 티타늄 합금재료에 본 발명의 제조 방법에 따른 ECAP 가공을 4회 수행하여 나노 결정립 티타늄 합금을 제조하였다.

실시예 2

알루미늄 6 중량%와 바나듐 4 중량%를 포함하는 티타늄 합금재료를 1050 °C에서 1시간 동안 열처리한 후 노냉하여 콜로니 크기가 310 μ m이고 층간 간격이 4.1 μ m인 층상 조직의 티타늄 합금재료를 준비하였다. 이러한 티타늄 합금재료의 광학현미경 사진을 도 4b에 도시하였다.

이러한 티타늄 합금재료에 본 발명의 제조 방법에 따른 ECAP 가공을 4회 수행하여 나노 결정립 티타늄 합금을 제조하였다.

실시예 3

알루미늄 6 중량%와 바나듐 4 중량%를 포함하는 티타늄 합금재료를 1050 °C에서 1시간 동안 열처리한 후 수냉하여 콜로니 크기가 310 μ m이고 층간 간격이 1 μ m인 층상 조직의 티타늄 합금재료를 준비하였다. 이러한 티타늄 합금재료의 광학현미경 사진을 도 4c에 도시하였다.

이러한 티타늄 합금재료에 본 발명의 제조 방법에 따른 ECAP 가공을 4회 수행하여 나노 결정립 티타늄 합금을 제조하였다.

먼저, 상기의 실시예 1 내지 실시예 3에 따른 나노 결정립 티타늄 합금의 광학 및 주사전자현미경 사진을 도 5a 내지 도 5c 각각에, 투과전자현미경 사진을 6a 내지 도 6c에 도시하였다. 도 6a 내지 6c에서 각 투과전자현미경 사진의 정대축(zone axis)은 이다.

도 5a 내지 도 5c를 참조하면, 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄 합금은 도 4a 내지 도 4c에 도시한 티타늄 합금재료보다 알파상과 베타상 모두의 결정립 크기가 매우 작음을 알 수 있다. 이 때, 등축정조직과 층상조직이 서로 다른 강도 및 변형 거동을 가짐에도 결정립은 모두 매우 작게 미세화됨을 알 수 있다.

또한, 실시예 1 내지 실시예 3에 따른 나노 결정립 티타늄 합금은 베타상이 심하게 변형 및 분절되어 합금 전체에 걸쳐 균일하게 분포하는데, 특히 실시예 3에 따른 나노 결정립 티타늄 합금에서 베타상이 가장 심하게 분절됨을 알 수 있다. 따라서, 실시예 1 내지 실시예 3에 따른 나노 결정립 티타늄 합금은 알파상과 베타상의 경계에서 계면 슬라이딩이 일어나 높은 연신율을 나타낼 수 있고, 이는 실시예 3에 따른 나노 결정립 티타늄 합금에서 가장 높게 나타날 수 있다.

도 6a 내지 도 6c를 참조하면, 실시예 1 내지 실시예 3에 따른 나노 결정립 티타늄 합금은 결정립의 크기가 200 nm 내지 300 nm 에 범위에 속하고, 전위밀도가 매우 높아 결정립계가 불분명한 현상을 가짐을 알 수 있다.

다음으로, 실시예 1에 따른 나노 결정립 티타늄 합금을 각각 600 °C, 650°C, 700°C에서 열처리한 후 촬영하여 도 7a, 도 7b, 도 7c 각각에 도시하였다.

도 7a 내지 도 7c 에 도시된 바와 같이, 실시예 1에 따른 나노 결정립 티타늄 합금은 600 °C, 650 °C, 700°C에서 열처리한 후에도 결정립이 미세하고 높은 전위밀도를 가짐을 알 수 있다. 즉, 본 발명의 나노 결정립 티타늄 합금은 이러한 온도에서 열적으로 안정함을 알 수 있다. 이러한 경향은 실시예 2 및 실시예 3에 따른 나노 결정립 티타늄 합금에서도 동일하게 나타난다.

즉, 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄 합금은 온도 상승에 따른 결정립 조대화되는 문제를 방지할 수 있음을 알 수 있다.

다음으로, 실시예 1 내지 실시예 3에 따른 티타늄 합금에 700°C, 10⁻³/초의 조건에서 인장시험을 수행하여 측정된 유동응력 곡선을 도 8에 도시하였다. 그리고, 실시예 1 내지 실시예 3에서 티타늄 합금재료의 최대 연신율, 나노 결정립 티타늄 합금의 최대 연신율, 나노 결정립 티타늄 합금의 변형속도 민감도 지수, 나노 결정립 티타늄 합금의 가공경화 지수를 측정하여 표 1에 도시하였다.

다음으로, 실시예 1 내지 실시예 3에 따른 나노 결정립 티타늄 합금의 초기 시편(i), 및 이에 700°C, 10⁻³/초의 조건에서 인장시험을 한 시편(a), 700°C, 10⁻⁴/초의 조건에서 인장시험을 한 시편(b)을 도 9에 도시하였다.

그리고, 종래의 HPT(high pressure torsion) 가공을 수행하여 제조된 티타늄 합금의 초기 시편(i), 및 이에 650℃, 10⁻²/초의 조건에서 인장시험을 한 시편(a), 650℃, 10⁻⁴/초의 조건에서 인장시험을 한 시편(b), 725℃, 10⁻²/초의 조건에서 인장시험을 한 시편(c)을 도시하였다. 종래의 가공 열처리 공정을 수행한 티타늄 합금의 초기 시편(i), 및 이에 800℃, 10⁻²/초의 조건에서 인장시험을 한 시편(b), 800℃, 10⁻³/초의 조건에서 인장시험을 한 시편(b), 800℃, 2×10⁻²/초의 조건에서 인장시험을 한 시편(c)을 도시하였다.

[표 1]

| | 실시예 1 | 실시예 2 | 실시예 3 |
|----------------------------|-------|-------|-------|
| 티타늄 합금재료의 최대 연신율 [%] | 163 | 96 | 78 |
| 나노 결정립 티타늄 합금의 최대 연신율 [%] | 476 | 330 | 610 |
| 나노 결정립 티타늄 합금의 변형속도 민감도 지수 | 0.33 | 0.30 | 0.36 |
| 나노 결정립 티타늄 합금의 가공경화 지수 | 0.62 | 0.65 | 0.80 |

도 8을 참조하면, 실시예 1 내지 실시예 3 각각에 따른 나노 결정립 티타늄 합금은 일정 변형량까지 변형량이 증가함에 따라 응력이 증가하는 가공경화 현상이 나타나며 매우 우수한 초소성 특성을 가짐을 알 수 있다. 이 때 유동응력은 실시예 2, 실시예 3, 실시예 1의 순서로 증가하는 것을 알 수 있다.

그리고, 표 1 및 도 9를 참조하면, 실시예 1 내지 실시예 3 각각에 따른 나노 결정립 티타늄 합금은 변형속도 민감도 지수가 각각 0.33, 0.30, 0.36임에도 300% 이상의 높은 연신율을 가짐을 알 수 있다. 이는 가공경화 현상에 의해 국부적인 넥성장이 저해되기 때문이다. 이 때 가공경화 지수는 실시예 1, 실시예 2, 실시예 3의 순서로 커짐을 알 수 있다.

특히, 실시예 3에서는 본 발명에 따른 ECAP 가공 이전에 78 %의 연신율을 가진 층상조직의 티타늄 합금재료가 ECAP 가공 이후에 가장 높은 610%의 연신율을 나타냄을 알 수 있다. 종래에는 층상 조직을 갖는 티타늄 합금재료는 낮은 연신율 때문에 실제로 사용이 되지 못했으나 본 발명에 따른 제조 방법에 의해 제조된 나노 결정립 티타늄 합금은 등축정조직의 경우보다 높은 연신율을 가질 수 있다. 이는 실시예 3에 따른 나노 결정립 티타늄 합금재료가 가장 높은 가공경화 지수를 가지며, 도 5c에서와 같이 ECAP 가공에 의해 합금 전체에 균일하게 베타상이 분절되어 알파상과 베타상의 경계가 가장 많이 형성되었기 때문이다.

반면, 도 10을 참조하면 종래에 HPT 가공으로 높은 연신율을 구현할 수 있으나, 이러한 결과는 티타늄 합금의 초기 시편이 너무 작아 정확한 연신율을 측정하였다고 보기 어렵다. 또한, HPT 가공은 시편의 지름 방향에 따른 미세조직이 매우 불균일하며 가공할 수 있는 티타늄 합금의 크기가 너무 작아 실제 산업에 적용할 수 없는 문제가 있음을 알 수 있다. 그리고, 도 11에 도시된 가공 열처리에 의한 연신율 결과는 800℃의 고온에서 측정된 것으로, 본 발명에서와 같은 낮은 온도에서는 이러한 결과를 나타내지 못한다.

즉, 본 발명에 따른 티타늄 합금은 종래보다 낮은 가공 온도에서 우수한 초소성 특성을 나타내며 실제 산업에 이용할 수 있는 크기의 나노 결정립 티타늄 합금을 제조할 수 있다.

이상을 통해 본 발명에 대하여 설명하였지만, 본 발명은 이에 한정되는 것이 아니고 특허청구범위와 발명의 상세한 설명 및 첨부한 도면의 범위 내에서 여러 가지로 변형하는 것이 가능하고 이 또한 본 발명의 범위에 속하는 것이 당연하다.

발명의 효과

이상 설명한 바와 같이 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법에 따르면, 최적화된 범위에서 ECAP 가공을 함으로써 균열이 형성되지 않으며 나노 미터 수준의 결정립을 갖는 나노 결정립 티타늄 합금을 제조할 수 있다. 이 때, 종래에 요구되었던 부차적인 가공이나 코팅제 등이 사용되지 않으므로 공정을 단순화할 수 있고 더 큰 부피를 갖는 나노 결정립 티타늄 합금의 제조가 용이하여 대량 현장 체제에 적용할 수 있다.

그리고, 본 발명의 제조 방법에 의해 제조된 나노 결정립 티타늄 합금은 나노 미터 수준의 미세한 결정립을 가지며 분절된 배타상이 합금 전체에 고르게 분포하여 매우 우수한 연신율 특성을 가진다. 특히, 종래에 낮은 연신율을 가져 일반적으로 실제 산업에서 거의 사용할 수 없었던 층상조직의 나노 결정립 티타늄 합금에서 가장 우수한 연신율을 가지도록 할 수 있다. 이에 따라 ECAP 가공에서 티타늄 합금재료의 선택의 폭이 넓고, 이에 의해 제조된 나노 결정립 티타늄 합금의 적용 분야가 보다 다양해지는 장점이 있다.

그리고, 종래보다 낮은 초소성 가공 온도를 가짐으로써 초소성 가공에서의 생산비용을 대폭 절감할 수 있고 고온에서의 가공 장치의 마모 및 수명 단축, 불순물 혼입 등과 같은 문제점을 해결할 수 있다.

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명의 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법에 적용되는 ECAP(equal channel angular pressing) 장치의 일례를 도시한 개략도이다.

도 2는 본 발명에 따른 나노 결정립 티타늄 합금의 제조 방법을 도시한 흐름도이다.

도 3은 본 발명의 ECAP 가공 단계에서의 가공 방법을 개략적으로 도시한 사시도이다.

도 4a 내지 도 4c는 본 발명의 실시예 1 내지 실시예 3 각각에 사용되는 티타늄 합금재료의 초기 미세조직을 촬영한 광학 현미경 사진이다.

도 5a 내지 도 5c는 본 발명의 실시예 1 내지 실시예 3 각각에 의해 제조된 나노 결정립 티타늄 합금을 촬영한 광학 및 주사전자현미경 사진이다.

도 6a 내지 도 6c는 본 발명의 실시예 1 내지 실시예 3 각각에 의해 제조된 나노 결정립 티타늄 합금을 촬영한 투과전자현미경 사진이다.

도 7a는 본 발명의 실시예 1에 의해 제조된 나노 결정립 티타늄 합금을 600 °C에서 열처리한 후에 이를 촬영한 투과전자현미경 사진이다.

도 7b는 본 발명의 실시예 1에 의해 제조된 나노 결정립 티타늄 합금을 650°C에서 열처리한 후에 이를 촬영한 투과전자현미경 사진이다.

도 7c는 본 발명의 실시예 1에 의해 제조된 나노 결정립 티타늄 합금을 700°C에서 열처리한 후에 이를 촬영한 투과전자현미경 사진이다.

도 8은 본 발명의 실시예 1 내지 실시예 3 각각에 의해 제조된 나노 결정립 티타늄 합금의 유동응력 곡선을 도시한 그래프이다.

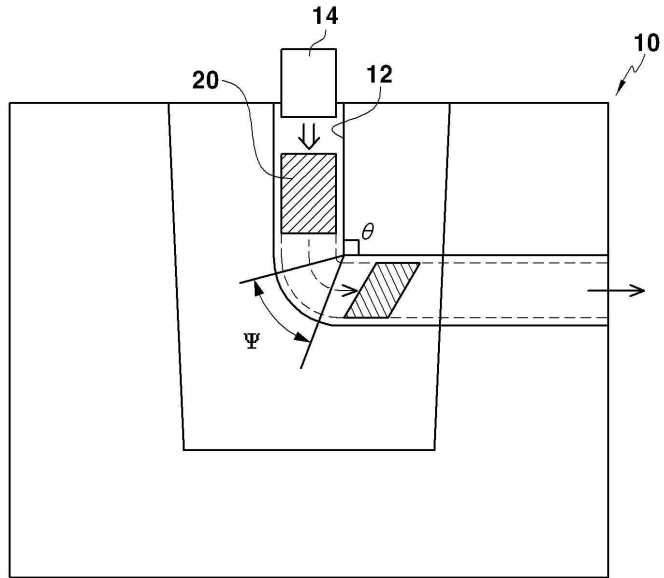
도 9는 본 발명의 실시예 1 내지 실시예 3 각각에 의해 제조된 나노 결정립 티타늄 합금의 초기 시편 및 인장 시험 후의 시편을 촬영한 사진이다.

도 10은 종래의 HPT(high pressure torsion)에 의해 제조된 티타늄 합금의 초기 시편 및 인장 시험 후의 시편을 촬영한 사진이다.

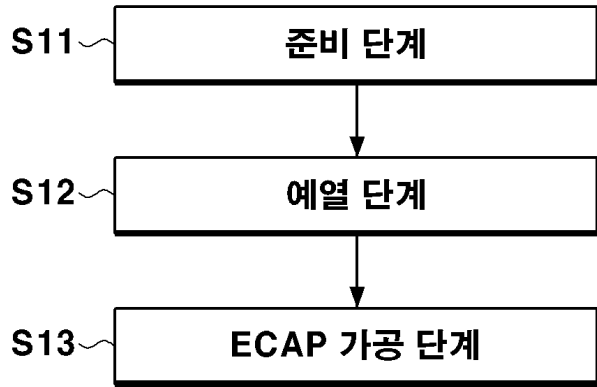
도 11은 종래의 가공 열처리에 의해 제조된 티타늄 합금의 시편 및 인장 시험 후의 시편을 촬영한 사진이다.

도면

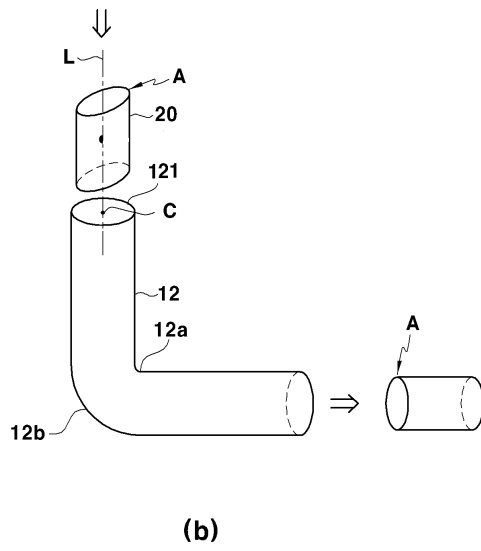
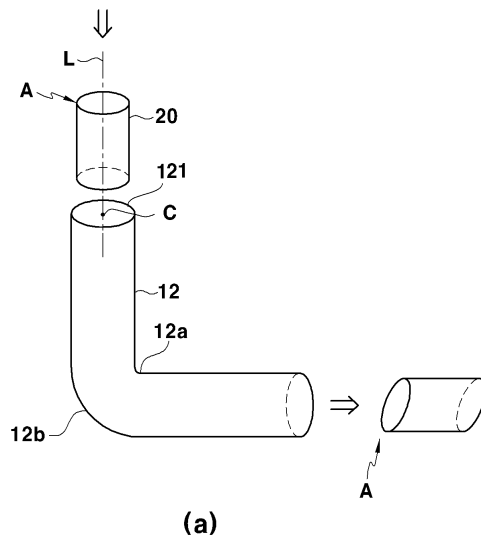
도면1



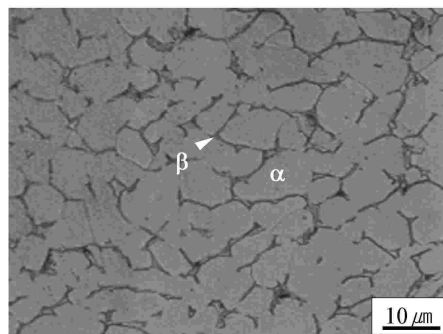
도면2



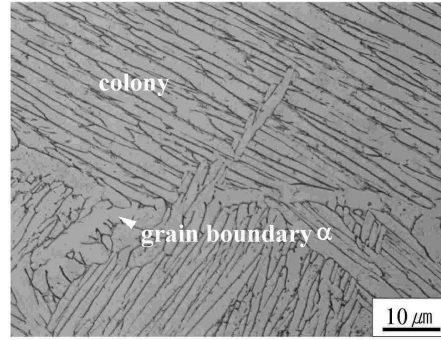
도면3



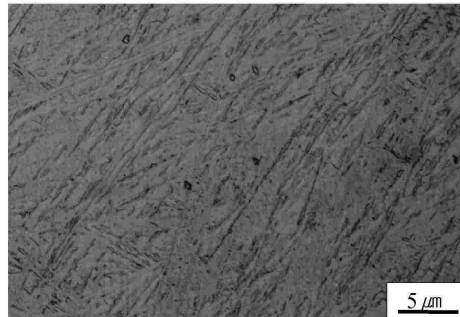
도면4a



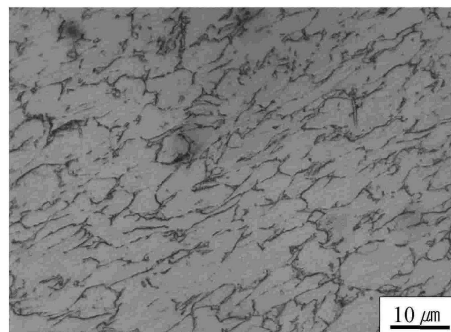
도면4b



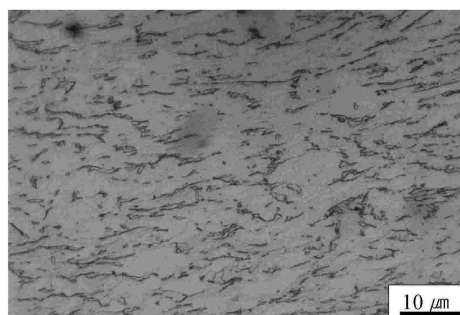
도면4c



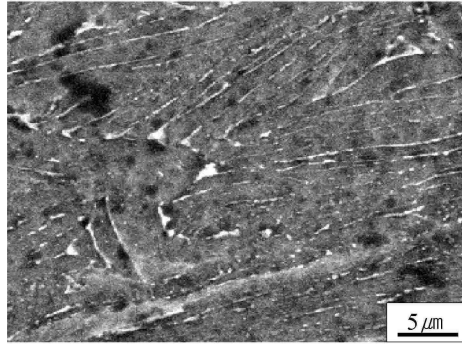
도면5a



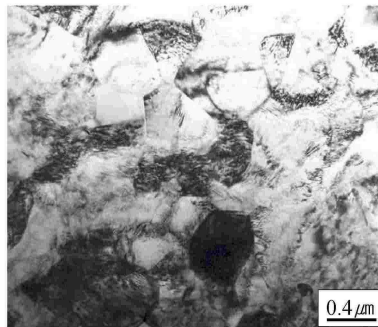
도면5b



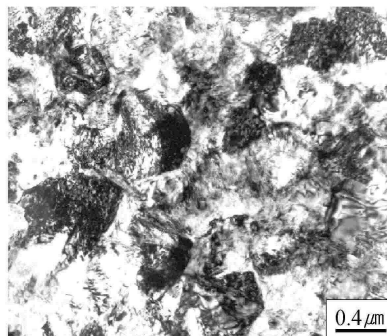
도면5c



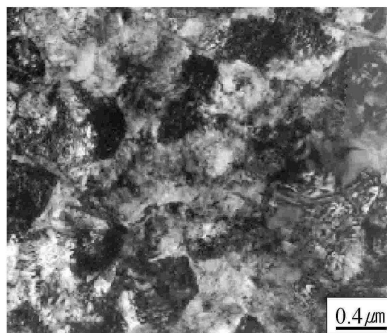
도면6a



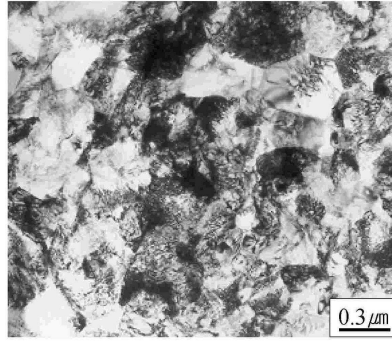
도면6b



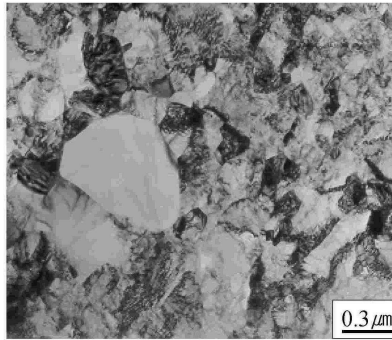
도면6c



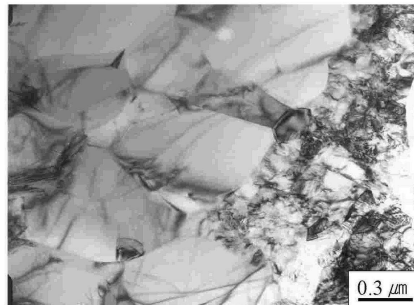
도면7a



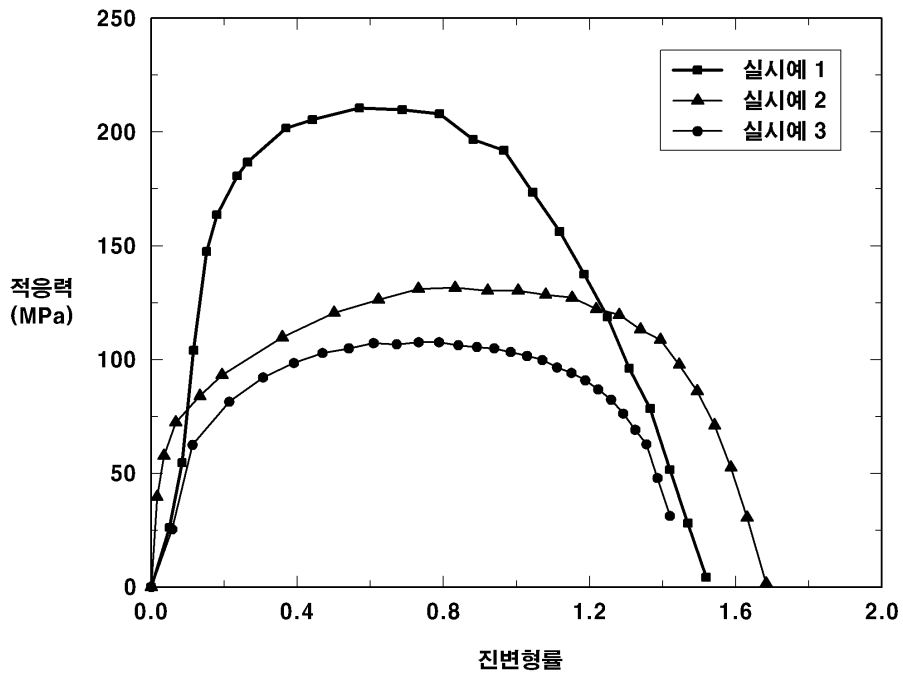
도면7b



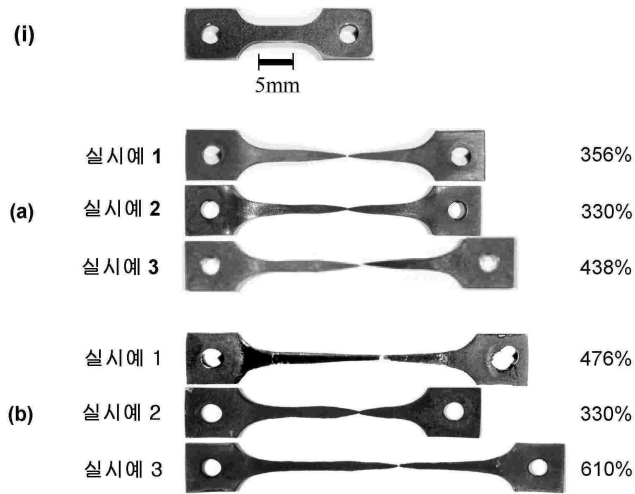
도면7c



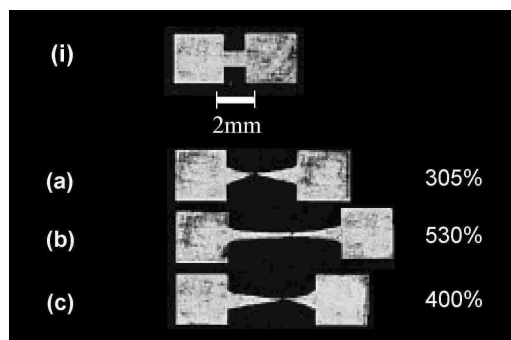
도면8



도면9



도면10



도면11

