

炭素鋼의 機械的 性質을 改善하기 爲한 이온窒化 處理의 應用에 關한 研究

Study on the Application of Ion-nitrided Treatment to Improve
the Mechanical Properties of Carbon Steel

康 明 順*, 尹 鐘 學**, 李 源 平***
M. S. Kang, J. H. Yoon, W. P. Lee

ABSTRACT

This thesis is to improve the mechanical properties of carbon steel by the ion-nitriding, and post-heat treatment.

The structures of ion-nitrided SM45C steel were changed to martensite by quenching from 730°C and 800°C.

And then a few of the quenched specimens was tempered at 200°C for 120 min.

The emphasis in this study is focussed on Comparison of hardness and fatigue strength with the ion-nitrided steel.

The results obtained are summerized as follows.

1. To improve the hardness and fatigue strength of ion-nitrided steels, it is effective to undertake diffusion treatment for a short time at the austenite temperature (800°C).
2. If ion-nitrided steel is heated for a long time at high temperature, de-nitriding occure.
3. The quenching treatment after nitriding on the carbon steel is necessary to improve the mechanical properties of the steels.

1. 緒 論

窒化處理材는 내마모성과 내식성, 피로강도 등이 우수하여 자동차부품이나 각종 공작기계 및 산업기계에서 상대운동이 요구되는 부품으로서는 이상적이라고 할 수 있을 것이다.

질화법 중에서도 이온질화 처리는 공업화의 발전과 더불어 야기되고 있는 공해가 거의 없다는 점에서 특히 주목을 끌고 또한 관심의

대상이 되고 있으나 해결되지 못하고 있는 많은 문제들의 산적으로 아직은 개발단계에 있다고 하겠다.

일반적으로 질화처리재의 피로강도가 우수한 요인은 고용질소에 의한 슬립변형 저지와 표면의 압축 잔류응력에 기인되고 있으나 시험편의 형상, 치수, 열처리 조건등에 따라 차이가 있다.⁽¹⁾⁽³⁾ 따라서 이온질화 처리는 처리

* 漢陽大學校 精密機械工學科

** 京畿工業開放大學 機械工學科

*** 仁德工業專門大學 機械科

온도나 시간, 가스混合比 또는 피처리재의 종류에 따라 변화하므로 용도에 따라 적합한 경화증 두께를 얻도록 처리조건의 선택이 중요하다.^{(2), (3), (17)}

또 질화처리로 강재표면의 硝化層으로 표면 경도가 상승하여 내마모성은 증가한다. 그러나 인장특성이나 내충격성은 떨어지므로 충격 하중이 작용하는 경우의 사용에는 문제점도 있다.⁽¹⁹⁾

본 연구에서는 최근 이용되고 있는 이온질화 방법에 의해서 SM 45 C강을 이온질화 처리후 오스테 나이트화 온도 영역까지 재가열한후 금냉함으로서 마르텐사이트화시키고, 일부는 다시 템퍼링 처리를 하여 처리조건에 따른 경도의 변화와 피로강도를 조사 비교함으로서 탄소강에 대한 기계적 성질의 향상을 도모하고 이용효과를 높이는데 목적을 두었다.

2. 實驗方法

2.1 試驗片 및 材料

본 시험에 사용한 재료는 市販되고 있는 SM 45 C로서 화학성분과 기계적 성질은 다음 표 1 및 2와 같다.

Table 1 Chemical Composition (%)

C	Si	Mn	P	S
0.46	0.31	0.49	0.02	0.017

* KSD 3752 KSD 1801~1806

Table 2 Mechanical Properties

Yielding Point (kg/mm ²)	Tensile Strength (kg/mm ²)	Elongation (%)
> 50	66	6.5

* KSB 0801, KSB 0802

소재는 φ19 압연 환봉재로서 시험편은 ono型의 回轉굽힘疲勞試驗機用 규격에 맞도록 한 후 원통 연삭기에서 연마하고 破斷部를 일정하게 하기 위하여 중앙에 幅이 0.1 mm, 깊이가

0.2 mm의 V형 notch를 가공한후, 다시 1200 까지의 砂布를 사용하여 표면의 흡집이나 산화물을 제거하여 일부는 이온질화 장치를 사용하여 질화처리를 하였다.

2.2 實驗裝置

2.2.1 窒化處理 장치와 窒化條件

사용된 이온질화 처리장치는 일본의 富士電子工業株에서 제작한 FECH 50 N型으로서 질화처리는 아세톤으로 깨끗이 세척한후 시험편을 爐의 음극대위에 놓고 N₂와 H₂의 混合ガス비를 4:6으로 하여 650V에 50 A의 電流를 사용했다. 진공도 2.5 torr의 Vacuum reactor 내에서 560 °C로 7시간 窒化後 8시간 爐冷하였다.

2.2.2 피로 및 조직검사

Ono型의 회전굽힘피로 시험기(M_b = 10 kg·m, n = 3400 rpm)로 시험편은 조건별로 3개씩 사용하였으나 정상적인 破斷이 일어났을 때에는 1개로 끝내고, 불균일 할 때에는 나머지 시험편으로 재시험을 하여 평균치를 사용하였다. 그리고 조직은 금속현미경을 사용하여 100 배의 배율로 관찰하였으며 표면으로부터 内部로 향한 硬度는 Vickers microhardness tester를 사용하였고, 조직변화는 M₀-K_α線을 사용한 x-ray 분석법을 이용하여 구했다.

3. 實驗結果 및 考察

3.1 硬度分布

각 처리조건에 따라 측정한 시험편의 경도 치 분포곡선은 다음 그림 1과 같다. 먼저母材와 질화처리재의 경도를 비교하여 볼때, 이온 질화처리를 실시한 시편의 표면경도(H_v 675)는 모재의 경도(H_v 235)보다는 440정도의 높은 증가를 보였으며, 이온 질화처리후 730 °C 및 800 °C에서 30분간 각각 가열한 후 5% 食鹽水에 急冷處理한 試片은 이온질화처리만 실시한 시험편 보다도 표면의 질화층과 그내부에서 높은 경도의 증가를 보이고 있다. 특히 800 °C 금냉재는 이와같은 경도증

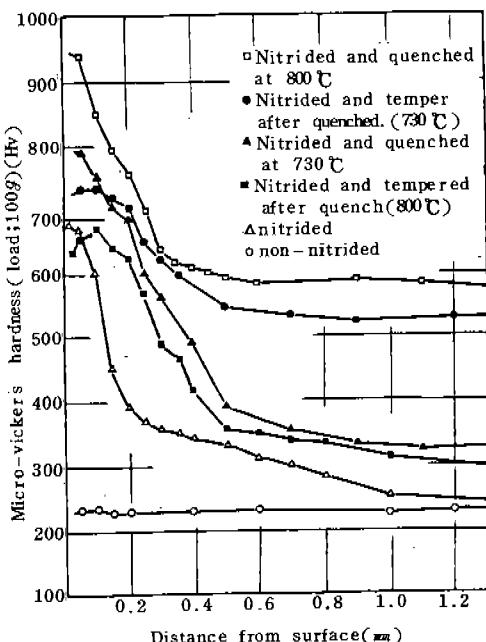


Fig.1 Micro-vickers hardness distribution of SM 45 C steel at the various conditions after nitriding

가현상이 더욱 현저하게 나타나고 있음을 볼 수 있다. 즉 800 °C 금냉의 경우는 표면경도가 Hv 945, 그 내부에서는 590으로서 이온질화처리만 실시했을 경우의 경도증가 보다도 표면은 모재보다 Hv 710정도나 높고 이온질화처리만의 경우 보다는 16% 이상이나 높은 증가를 보였다. 内外部의 경도차도 Hv 355로서 이온질화후 재가열하여 금냉처리함이 경도증가의 효과로서는 크다는 것을 알 수 있다. 그런데 이와같은 현상은 첫째 燒入處理에 의한 硬化때문이라고 생각되며,⁽⁵⁾ 둘째는 이온窒化處理後 재가열로 표면의 窒素原子는 재료의 표면으로부터 내부로擴散해 들어가 硼化物를 형성하는 것과 질화처리에 의해 Fe-C系는 Fe-C-N계로 되어 이系의 A₃변태점을降低시키게 되며, 따라서 가열처리로 표면과 내부에서 마르텐 사이트를 형성한다는 복합적인 원인으로 생각된다.

세째는 시험편의 再加熱處理에서 냉각조건에 따른 冷却處理가 경도를 높여 주는데 영향

을 미치고 있다고 생각된다. Kiyoshi Kita⁽¹⁴⁾ 등은 연강(JIS S 15 CK)을 질화했을 경우 화산층에서의 경도는 水冷이 가장 커졌고, 다음이 油冷, 空冷의 順으로 되어 있다고 했는데, 이와같은 현상은 냉각법에 따라 질소 화합물중 固溶窒素의析出하는 량에 따라 큰 차이가 생기기 때문이라고 발표했다.

주로 水冷을 했을 경우 시험편의 조직은 ferrite+pearlite의 2元組織을 나타내고 있으며, 질소는 α 철중에 고용되어 있다고 하겠다. 730 °C 및 800 °C에서 5% 식염수에 금냉후 다시 200 °C에서 120분간 tempering 처리를 한 시험편의 경도분포 곡선을 보면, 금냉처리했을 때 보다 표면경도는 현저한 低下現象을 나타내고 있다.

tempering 재에서의 최고경도는 표면으로부터 50~100 μm 떨어진 영역에서 존재하는데 730 °C 금냉재의 표면경도(Hv 790)와 tempering材의 최고 경도치를 나타내고 있는 표면으로부터 100 μm되는 부분에서의 경도(Hv 670)는 약 15%가 떨어졌으며, 800 °C 금냉의 경우에서는 무려 22.8%나 경도저하의 현상이 나타나고 있었다.

3.2 組織分布

각처리 조건에 따른 경도변화 및 피로강도변화의 원인을 찾기 위하여 X-ray 분석시험을 하였다.

그림 2는 이온질화 처리된 시험편의 질화물층을 X-ray回折法으로 분석한 것이다. 그럼 2와 같이 화합물들은 ϵ (Fe 2-3 N)과 γ' (Feu N) 및 α -Fe의 3元組織으로 되어 있으나 주로 ϵ (Fe 2-3 N)으로 되어있음을 확인할 수가 있었다. 그러나 더욱 안쪽으로研磨해 갈수록 ϵ 과 γ' 는 감소하고 α 만이 남아 있었다.

그리고 730 °C 急冷材는 그림 3과 같이 硼化層에 ϵ 과 α 만으로 되어 있었는데, 여기에서도 内部로 연미래 갈수록 ϵ 은 없어지고 α -Fe만이 나타났다. 이온질화 처리만 실시한 시험편에서 나타났던 γ' 가 없어진 원인을 조사한 결과 小賀正樹⁽¹⁵⁾씨는 높은 730 °C의 加熱

로 γ' 가 분해되어 ϵ (Fe_{2-3}N)을 형성하는 것으로 인정된다고 하였다.

따라서 표면층의 경도는 ϵ 과 残留炭化物 및

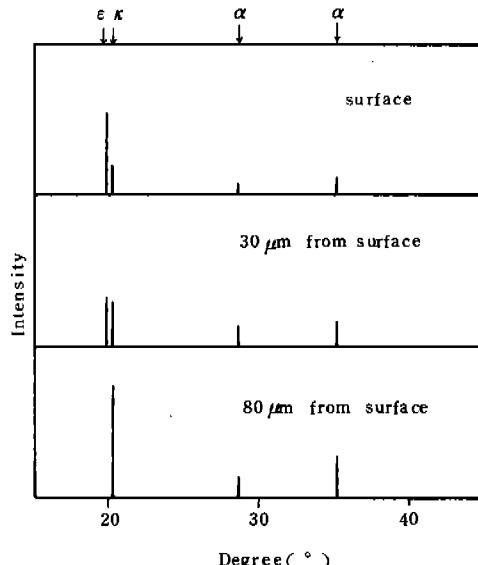


Fig.2 X-ray diffraction charts obtained from the surface of nitrided specimens

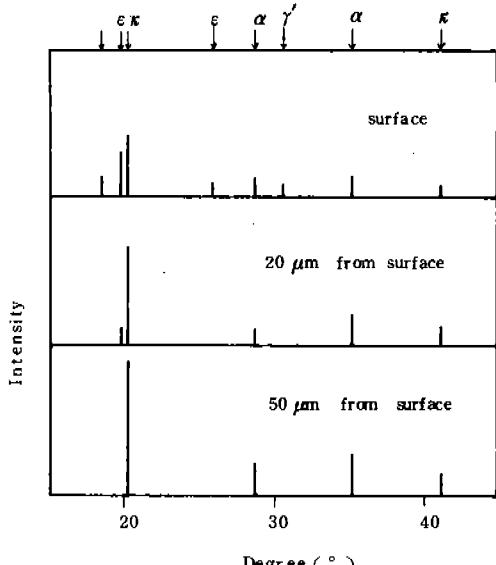


Fig.3 X-ray diffraction charts obtained from the surface of nitrided specimens quenched in water after heating at 730°C × 30 min

없어진 γ' 의 분해로 형성된 ϵ 등에 의한 복합적인 원인 때문이라고 생각된다. 그러나 경도는 가열하는 시간에 따라 증가하여 30분 가열에서 최고 경도치가 나타났으며, 60분 가열에서는 오히려 떨어졌다. 그 원인은 고온에서 장시간을 가열하거나 오랜시간 tempering 을 하면 일부 질화물은 내부 깊숙히 확산되어 $\alpha\text{-Fe}$ 보다는 平板狀의 γ' ($\text{Fe}_{4\text{N}}$)와 미세한 粒狀의 ϵ'' ($\text{Fe}_{16\text{N}2}$)가 되고 한편으로는 질화물이 분해되어 확산하는 동안 표면의 질소농도가 저하되는 脱窒 및 脱炭現象으로 표면층의 경도는 감소한다고 생각된다. 그리고 800°C 금냉의 경우를 X-ray 분석하였으나 X만이 존재하고 ϵ (Fe_{2-3}N)은 약간만이 나타났는데, 이것을 보면 Fe-C系보다 Fe-C-N系 마르텐 사이트의 경도가 더 큰것 같다. 그리고 寫眞은 금속현미경으로 배율 100배로 활용한 것이다. 조직에서 白色부분이 질화물층이고 그아래 부분이 확산층으로, 확산층은 크고 작은 두종류의 針狀析出物로 판단되는 粗大한 γ' 와 미세한 ϵ'' 로 되어 있다고 G. R. Boorkner⁽⁵⁾ 등은 보고하였다. 사진은 (a), (b) 모두가 730°C에서 加熱後 急冷한 시험편의 현미경조직으로서 약 60 μm까지는 ϵ (Fe_{2-3}N)의 질화물을 확인할 수 있는데, 이것은 마르텐 사이트와 잔류오스테나이트의 2상조직을 만들고 있다.

800°C 금냉재의 질화층 두께는 증가하고 있으나 표면층과 확산층의 전영역에서 針狀의 martensite를 형성하여 미세한 조직을 하고 있고 800°C 금냉이나 금냉후 200°C에서 tempering 한 組織에서는 내부로 확산해 들어가고 표면층에서는 脱窒現象이 뚜렷하게 나타나고 있었다.

3.3 疲勞試驗

母材와 질화처리재의 피로강도에 대한 변화를 보면母材의 疲勞限度 23.6 kg/mm^2 에 대하여 이온질화 처리한 것은 32.45 kg/mm^2 로서 37.5%나 상승하고 있다. 그러나 이온질화 처리한 시험편을 730°C와 800°C에서 각각 30

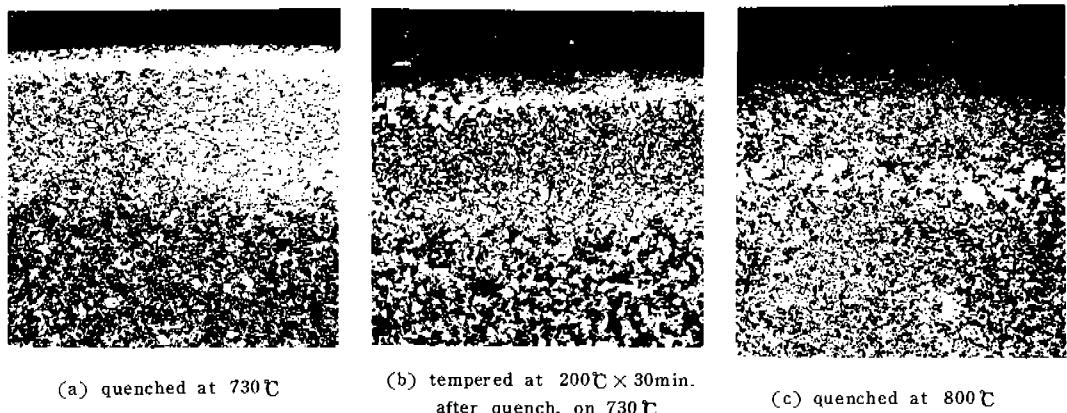


Photo 1. Microstructure of Specimens at Various Conditions (non-normalized)

분간 가열한 후 5% 食鹽水에 急冷處理한 결과 疲勞强度는 더욱 상승하여 730°C 금냉의 경우, 36.58 kg/mm^2 로 되었고 800°C 금냉의 경우에는 44.25 kg/mm^2 로서 이온窒化處理材의 강도(32.45) 보다 각각 4.13 kg/mm^2 가 높았으며, 母材와 비교했을 때에는 55%와 87.5%가 각각 상승하였다. 따라서 탄소강의 경우는 이온질화후 急冷處理하는 것이 강도를 높이기 위해서는 필요하다 하겠다. 그런데 이온질화 처리재는 再加熱한다음 急冷할 경우, 急冷에 의한 확산층의 질소는 α -Fe에 過飽和로 固溶하지만 이온질화후 냉각속도가 느리면 α -Fe 보다 平板狀의 γ' (Fe₄N) 및 미세한 粒狀의 α'' (Fe₁₆N₂)가 석출하여 피로강도를 저하시키는 것으로 考察된다.

730°C에서 急冷後 tempering($200^\circ\text{C} \times 120\text{ min}$) 처리를 실시한 경우의 피로강도는 35.4 kg/mm^2 로서 急冷材 보다 약 3.2%가 떨어졌으며, 800°C 急冷材와 急冷後 tempering($200^\circ\text{C} \times 120\text{ min}$) 처리재의 강도는 더욱 심한 6.7%의 低下現象을 나타내고 있다. 이와 같은 현상은 tufftride 처리후 100~500°C의 범위에서 각각 1시간을 tempering 했을 경우도 비슷한 疲勞特性의 變化를 하고 있다고 Hisahiko Yamanaka⁽²⁾는 발표하였으며, 이때도 α -Fe 보다는 γ' 의 析出이 한층 활발하고 300°C의 tempering에서 최저로 된다고 한다.

피로시험후 파단부 부근의 조직을 관찰한 결과 Slip line에서는 粒狀의 析出物이 보이는데 이들은 壓素固溶量이 많은 시험편에서 특히 나타난다. 이와같은 피로강도의 경향은 tempering 시의 경도변화와 잘 대응되고 있다고 할 수 있다.

그리고 急冷時 α -Fe에 고용한 질소가 Sliding을 저지하기 때문에 고용량이 많을 수록 피로강도는 커지고 反對로 오랜 가열에 의한 표면에서의 脫窒現象이나 脫炭現象이 發生하

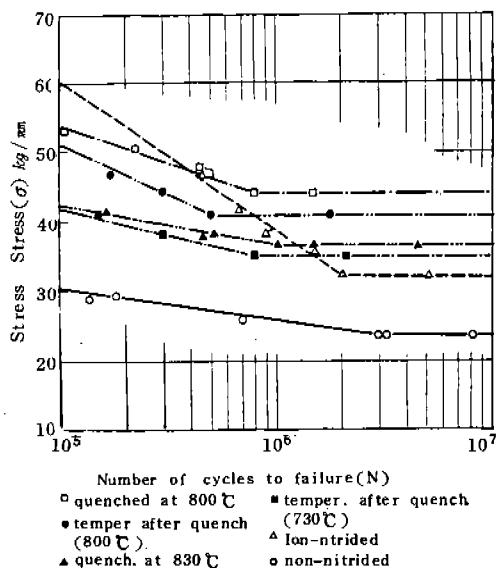


Fig. 4 S-N diagram of SM 45 C steel at the various conditions after nitriding

여 경도도 떨어지며 피로강도도 저하되는 것으로 생각된다.

또한 그림 4에서 窒化後 热處理한結果를 보면, 疲勞限度는 上昇하나 반대로 시간수명은 짧아지고 있는데, 이와같은 현상에 대해서 喜多清, 松田昭三 등은 窒素의 固溶量에 관계되는 것으로 報告하였는데, 본실험에서도 재가열 처리에 의한 脫窒現象이 壽命時間을 短縮시킨 것으로 생각된다.

4. 結論

탄소강을 이상과 같은 여러가지 조건 하에서 검토한 결과 다음과 같은 結論을 얻었다.

1) 이온질화한 鋼材의 硬度 및 피로한도의 증가를 위해서는 오스테나이트화 온도에서 短時間 확산처리하는 것이 效果의이다.

2) 窒化處理材는 그대로 사용하는 것이 일반적이나 질화후의 열처리가 기계적 성질의 개선을 위해서는 필요조건으로 생각된다.

参考文獻

1. 平川賢雨, 外山和南: 鐵と鋼 63(1977)4, p. 297.
2. 山中久彦, イオン窒化法(日本工業新聞社利) p. 108.
3. 喜多清外 5人, 日本金屬學會誌 37(1973) p. 26.
4. Jones & Martin, Metal Progress 93 (1964) p. 94.
5. 朴承漸, 延世大學校 大學院 論文(1981)
6. S. A. Levy 外 2人, Metal Progress (1968) p. 108.
7. Metal Hand Book Vol 2 (1968) pp. 149~166.
8. 金在道, 韓國科學院 論文(1980), p. 2.
9. 佐勝吉彥: 热處理 18券(1978) 4號 p. 212.
10. 佐勝吉彥: 热處理 17券(1977) 1號 p. 38.
11. 佐々木敏美 外 2人, 热處理 18券(1978) 3號 p. 130.
12. 朴商珍, 延大產業大學院 論文(1981)
13. 収村實外 4人, 热處理 19券(1979) 6號 p. 301.
14. 喜多清外 3人, 日本機械學會誌 38券(1974) 9號 p. 853.
15. 小賀正樹外 2人, 热處理 19券(1978) p. 119.
16. 日本規格委員會: 热處理 17券(1977) 6號 p. 382.
17. 高瀬孝夫外 2人, 热處理 19券(1979) 2號 p. 77.
18. 전성순, 大韓機械學會誌 18券(1980) 3號 p. 196.
19. 金熙松, 漢陽大學校 大學院 論文(1983.11) pp. 2~3.
20. 喜多清, 松田昭三 外 4人, 日本金屬學會誌 37券(1973) p. 30.
21. 日本機械工學便覽: pp. 5~29.