

이온질화처리된 Al-Cr-Mo 강의 재가열 처리에 의한 표면조직변화

李 貞 一 · 慎 榮 植 · 金 文 一

연세대학교 공과대학 금속공학과

Effect of Reheating on the Ion-nitrided Surface Microstructure of Al-Cr-Mo Steel

J. I. Lee, Y. S. Shin and M. I. Kim

Department of Metallurgical Engineering, Yonsei University, Seoul 120-749

ABSTRACT

In this study the improvement of mechanical properties of ion-nitrided SACM-1 steel was investigated by analysing microstructural developments and hardness increase in the nitrided surface layer.

Specimens were quenched at 570°C, which is lower than the eutectoid temperature (590°C) of Fe-N binary system after nitrided at temperature of 460-570°C for 2-8 hours under constant pressure of 8 torr.

The depths of diffusion and compound layers were appeared to proportional to the root mean square time of nitriding. And the hardness showed the maximum value Hv = 1200 for the specimen nitrided at 530°C.

Hardness distribution of the ion-nitrided steels were increased by diffusion treatment below the eutectoid temperature of the Fe-N binary system.

A prolonged heat treatment below the eutectoid temperature was attributed to the increase in the depth of diffusion layer at the expense of the decrease in surface hardness of the ion nitred steel.

1. 서 론

이온질화법⁽¹⁾은 처리시간이 오래 걸리는 가스질화법이나 공해문제가 있는 액체질화법과 비교하여 무공해처리법으로서, 질화처리의 신속화는 물론, 화합물층과 확산층의 조절이 용이하며, 넓은 온도범위(400~600°C)에서 질화가 가능하고, 에너지 효율이 높다는 등의 장점을 가지고 있다. 이러한 질화층은 내마모성, 내피로성, 내식성등의 기계적 성질을 향상시키나,⁽²⁾⁽³⁾ 인장특성이나 내충격성의 저하를 가져오기 때문에 충격하중이 작용하는 경우에는 문제점을 지니고 있다. 이러한 인장특성이나 내충격성의 저하는 표면에서 생긴 화합물층의 영향을 받아 연성이 떨어지기 때문이라

생각되며,⁽⁴⁾ 이러한 연성을 높이는 방법으로는 금속표면에 생성된 화합물층을 순수소가스분위기에서 방전하여 환원시키면 연성을 증가시킬 수 있다고 C. K. Jones와 S. W. Martin은⁽⁵⁾ 보고하였다. 1976년 Lakhtin Yu. M과 Kogan Ya. D⁽⁶⁾는 질화처리강의 표면에 생긴 Fe 질화물로 형성된 화합물층을 제거하고 그 내부에 내피로성의 향상에 영향을 주는 질소가 과포화로 고용된 질소확산층만을 형성시킬 수 있다면 냉간가공을 할 수 있을 정도로 연성을 증가시킬 수 있다고 보고하였다. 또한 질화처리 후 공석변태온도 이상에서 가열, 급냉하면 표면경도는 감소하나 강도와 인성은 증가한다고 하였다.⁽⁶⁾ 한편 윤중학, 김문일⁽⁷⁾은 이온질화한 강재의 경도 및 피로강도의 증가를 위해서는 오스테나이트화

온도에서 단시간 확산처리하는 것이 효과적이라고 하였다. 이에 본 실험은 SACM-1 강을 소재로 하여 질화온도와 질화시간을 변화시켜 이온질화 조건의 변화에 대한 질화효과와, 이온질화처리된 강을 Fe-N 이원계 상태도의 공석 변태온도 이하인 570°C에서 재가열처리하므로써 braunite 나 straussite 와 같은 취약한 조직의 생성없이 질소는 내부로 확산하고 인성등은 증가될 것인지를 조사하였다. 이를 위해 이온질화 처리강과 이온질화처리 후 재가열처리한 강에 대한 조직 검사, 경도시험, X-ray 회절시험 및 X.M.A.를 이용한 질소농도 변화의 정성분석등이 실시되었다.

2. 실험방법

2-1 이온질화장치 및 시편준비

본 연구를 수행하기 위해 제작한 직류 이온질화장치의 개략적인 구조도를 Fig.1에 나타내었다. 본 연구에 사용된 시편은 시판되고 있는 SACM-1 질화강으로서 화학성분값은 Table 1에 표시하였다. 시편의 제작은 SACM-1 강봉을 20 ϕ × 10 mm 으로 기계가공 하였으며 기계가공 후 시편의 열처리하는 통상의 방법에 따라⁹⁾ 920°C에서 oil quenching한 후 750°C에서 tempering 하였다.

2-2 질화처리 및 재가열처리

준비된 시편은 아아크 발생을 최소한 줄이기 위해 표면을 연마지(#1200)로 연마한 후 아세톤(acetone)용액 속에서 10 분간 초음파 세척 및 트리클로로에틸렌(trichloroethylene)으로 불순물과 유지분을 제거하였다. 전처리가 끝난 시편은 반응로의 음극대 위에 놓고 로내 압력을 10⁻² torr 이하로 감압하고, 80%N₂-20%H₂ 혼합가스를 유입한 후 가스압력 8 torr, 전압 425~475 V, 전류 80~100 mA 의 조건 하에서 이온질화 처리를 하였다. 온도 측정에는 alumel-chromel 열전대를 사용하였으며, 시편표면에서 1 mm 깊이에 정도에 4 mm ϕ 의 구멍을 5 mm 깊이로 뚫고 삽입하여 측정하였다.

재가열처리는 KOH 및 실리카겔로 청정된 N₂ 분위기 하

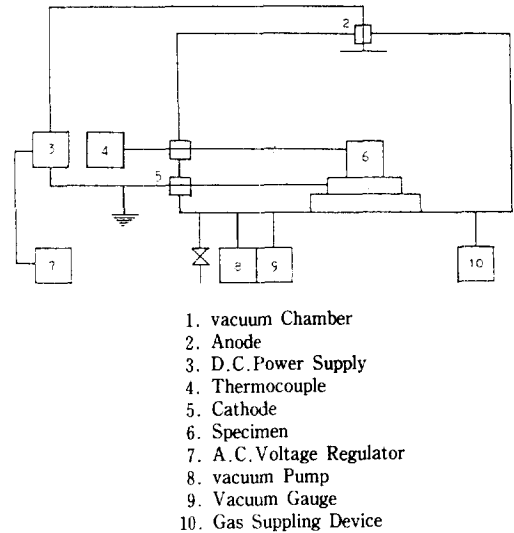


Fig.1 The ion-nitriding equipment.

에서 관상 전기로를 사용하였으며 Fe-N 이원계의 공석 변태온도(590°C) 이하인 570°C에서 열처리하였다.

2-3 질화층의 조직검사 및 경도측정

이온질화처리시편의 조직상태를 조사하기 위해 표면에서 수직방향으로 시편을 절단하여 연마한 다음 5% nital 용액으로 5~6 초 동안 부식시키고, 광학현미경으로 화합물층의 두께와 조직관찰을 하였다.

경도분포는 비커스 미소경도기를 사용하여 표면으로부터 내부방향으로 측정하였다. 이때 하중은 100 g 으로 하였으며 3 회 측정하여 평균값을 취하였다.

2-4 질화층의 X선회절시험 및 질소농도분석

이온질화 시의 질화층의 상과 재가열처리 후의 상의 변화를 관찰하기 위하여 Fe-K α 와 Mo-K α 선을 사용하여 X선회절시험과 X.M.A.(electron probe X-ray micro analyzer)를 이용하여 질소농도를 정성분석하였다.

3. 실험결과 및 고찰

SACM-1 강에 대하여 이온질화처리한 상태의 것과, 이온질화처리 후 재가열처리한 강에 대하여, 단면조직관찰과 표면으로부터 깊이방향의 경도변화를 측정하였다.

가스압력을 8 torr, 질화처리시간을 4 시간으로 일정하게 하고, N₂가스 혼합을 80%에서, 질화처리온도를 460°C.

Table 1. Chemical composition of specimen in weight percent.

C	Si	Mn	Cr	Mo	Al	P	S	Fe
0.46	0.32	0.36	1.46	0.17	1.145	0.02	0.01	bal.

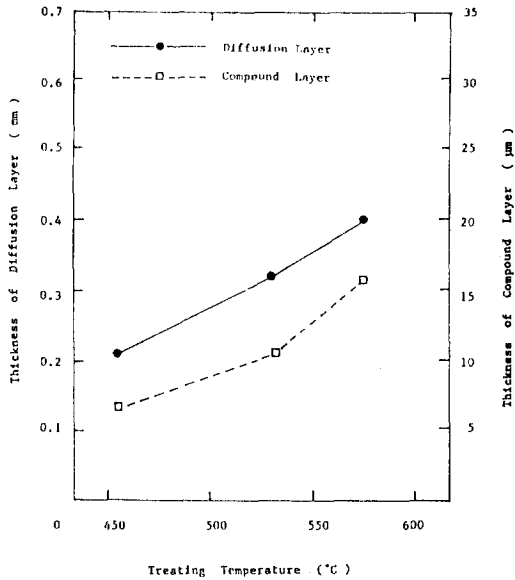


Fig. 2 Effect of treating temperature on the thicknesses of compound layer and diffusion layer produced on the specimen ion-nitrided in 80%N₂-20%H₂ mixture gas for 4 hrs under a pressure of 8 torr.

530℃, 570℃로 변화한 경우, 화합물층의 두께 및 확산층의 깊이에 미치는 질화온도의 영향을 Fig. 2에 나타내었다.

화합물층의 두께는 460℃에서 6.6 μm, 530℃에서 11 μm, 570℃에서 15.4 μm로 증가하였다. 이때 확산층은 소재의 경도 약 Hv 280에서 5%이상의 증가를 나타내는 깊이로 정의하였다.

질화처리온도가 높게 되면 투입되는 전압, 전류가 상승하기 때문에 질화반응은 촉진되고, 시편(음극)에 공급되는 질소이온수가 증가하여 표면에서의 화합물 생성에 미리 소비되므로 화합물층은 증가하나 내부로의 확산이 제어되기 때문이라고 생각된다.⁹⁾

Fig. 3은 질화처리온도를 변화하여, 이온질화처리한 시편의 단면 경도분포를 나타낸다. 질화층의 경도도 질화처리온도에 따라 변하며, 질화처리온도 460℃에서의 표면경도는 약 Hv 1000, 질화처리온도 530℃에서는 최고경도인 약 Hv 1200을 나타낸다. 처리온도가 높아질에 따라서 질화층은 깊게 되지만 표면경도는 감소하며, 570℃에서는 약 Hv 1100을 나타내었다. 확산층의 깊이는 처리 온도상승과 함께 460℃에서 220 μm, 530℃에서 320 μm, 570℃에서 400

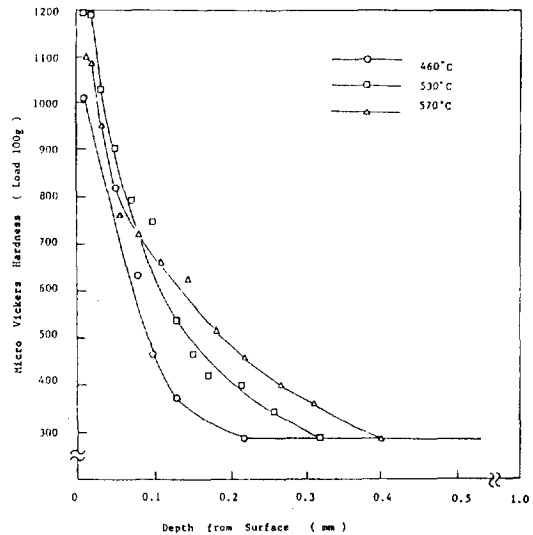


Fig. 3 Hardness profiles from the surface of the specimen ion-nitrided at various gas for 4 hrs under a pressure of 8 torr.

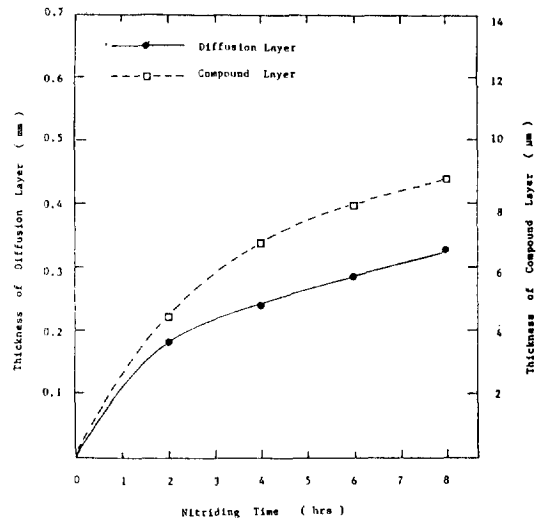


Fig. 4 Effect of nitriding time on the thicknesses of compound layer and diffusion layer produced on the specimen ion-nitrided in 80%N₂-20%H₂ mixture gas at 460℃ under a pressure of 8 torr.

μm로 증가한다. 질화처리온도가 높게되면 표면경도가 감소한다는 보고는 많이 있으며, 이러한 원인으로는 생성된 질화물의 조대화와 격자 strain의 해소등에 기인하는 것으

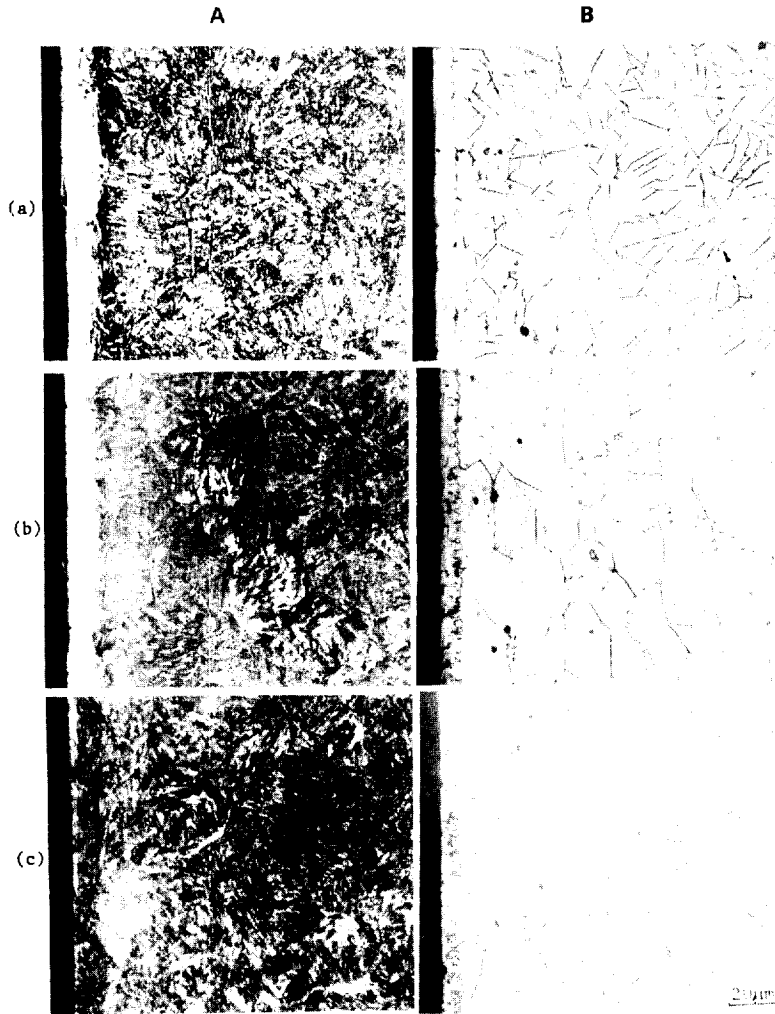


Fig.5 Microstructures of SACM-1(A) and Pure Iron(B) ion-nitrided at 530°C for 4 hrs and followed by quenching at 570°C.

(a) Ion-nitriding (b) heat treatment ; 2 hrs (c) heat treatment ; 5 hrs.

로 생각되고 있다.⁹⁾

Fig.4는 질화시간의 변화에 대한 화합물층의 두께 및 확산층의 깊이를 나타내고 있으며, 화합물층의 두께는 2시간 질화 시 4.4 μm에서 4시간 질화 시 6.6 μm, 6시간 질화 시 7.7 μm, 8시간 질화 시 8.8 μm로 증가하였고, 확산층의 깊이는 2시간 질화 시 0.18 mm에서 4시간 질화 시 0.22 mm, 6시간 질화 시 0.28 mm, 8시간 질화 시 0.32 mm로 증가하였다.

Jack¹⁰⁾ 등은 Cr, Ti, W, Mo, V, Al 등의 여러가지 원소가 함유된 강의 질화에 대한 실험적 연구에서 다음의 실험식을 발표하였다.

$$d = (2NDt/RX)^{1/2} \dots\dots\dots(1)$$

(여기서 d는 확산층의 두께, N은 표면질소농도(at.-%), X는 원합금의 원소농도(at.-%), R은 질화물에서의 질소와 합금원소의 비, D는 페라이트내에서 질소의 확산계수,

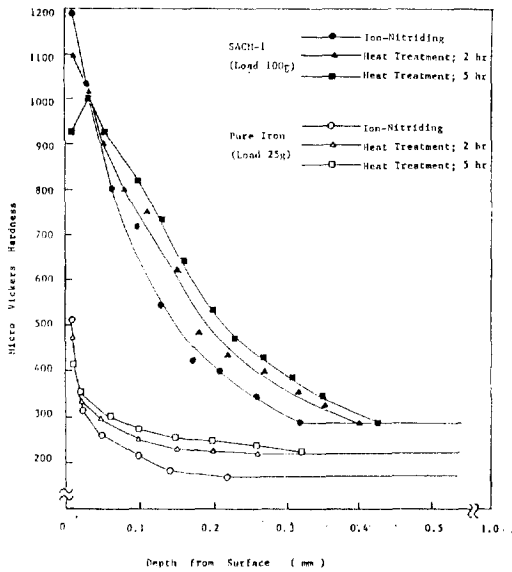


Fig. 6 Surface hardness profiles of the SACM-1 and the Pure Iron ion-nitrided 530°C for 4 hrs and followed by quenching at 570°C.

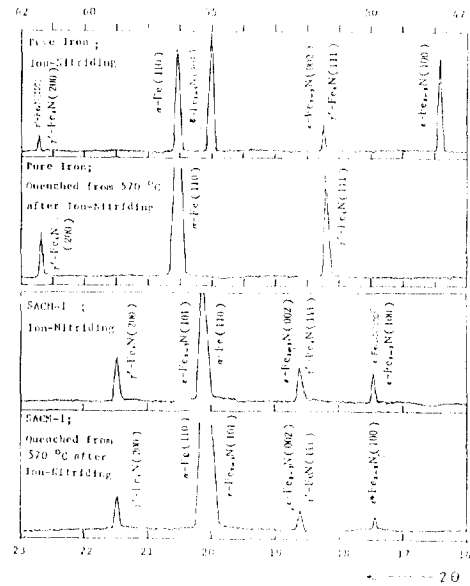


Fig. 7 X-ray diffraction patterns measured on the surfaces of SACM-1 and Pure Iron ion-nitrided in the 80%N₂ gas atmospheres at 530°C for 4 hrs under a pressure of 8 torr.
(Pure Iron : FeK_α, SACM-1 : MoK_α).

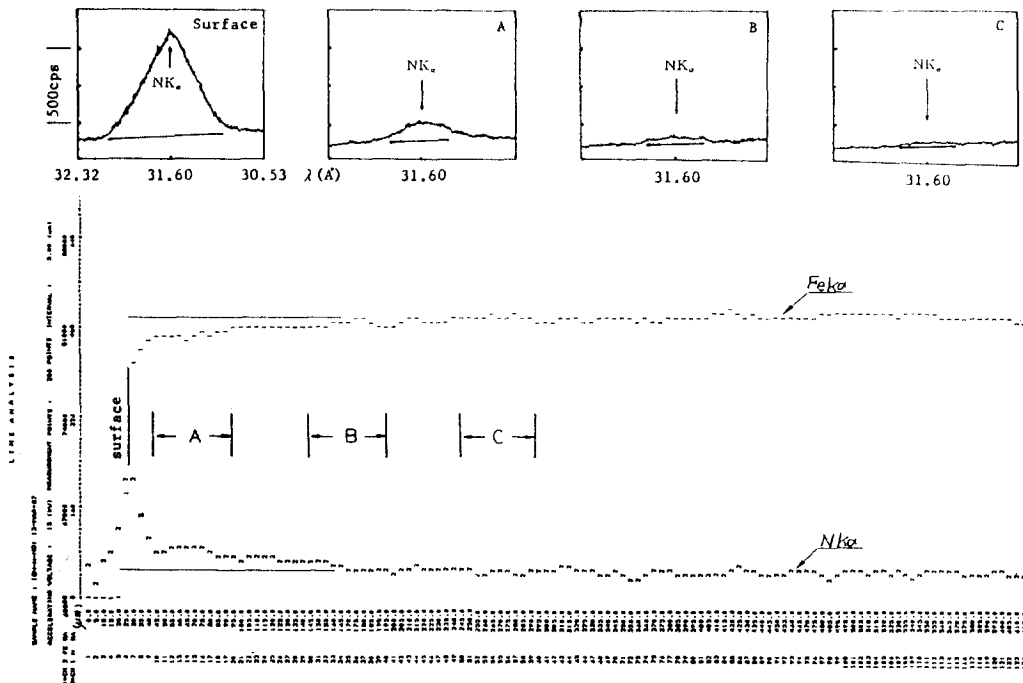


Fig. 8 Results of line analysis of NK_α on ion-nitrided SACM-1 steel.

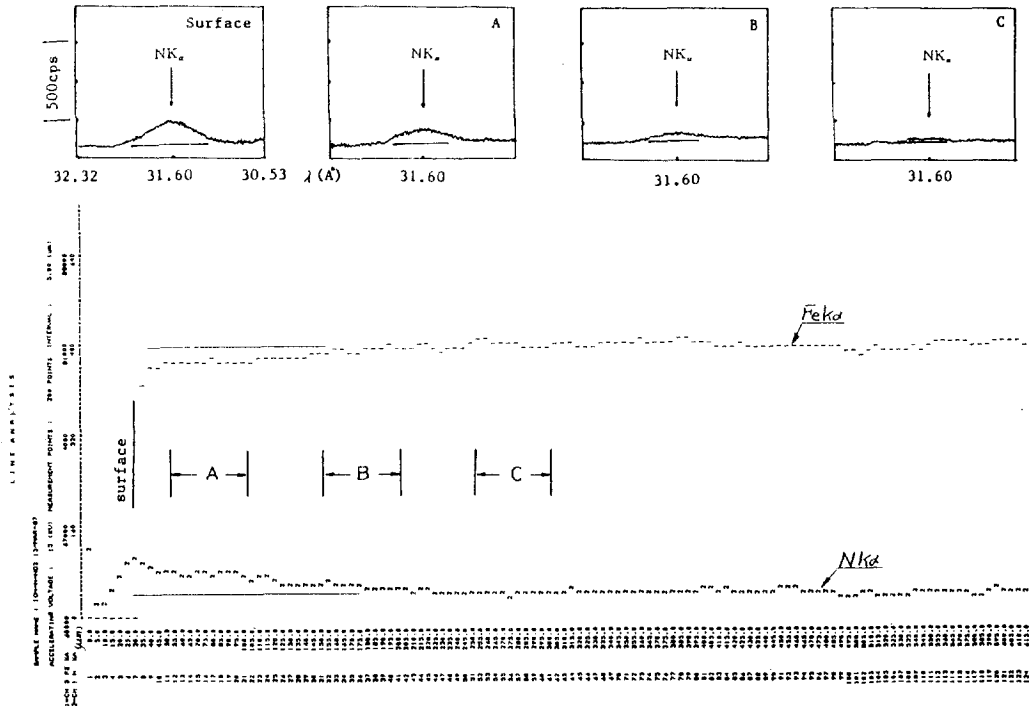


Fig. 9 Results of line analysis of NK_{α} on SACM-1 steel quenched from 570°C after ion-nitriding.

t는 질화시간)

(1)식에 의하면 질화층의 두께는 시간의 제곱근에 비례함을 알 수 있으며, 본 실험에서도 같은 경향을 나타냄을 알 수 있다.

SACM-1 강과 순철을 이온질화처리 시와 이온질화처리 후 재가열처리한 경우의 조직변화와 경도변화를 비교해 보기 위하여, 가스압력 8 torr 질화온도 530°C에서 4 시간동안 이온질화하고, 그 강에 대하여 다시 570°C에서 재가열처리 시간을 변화시킨 경우의 SACM-1 강과 순철의 단면조직사진을 Fig. 5에, 동 시편에 대한 경도분포를 Fig. 6에 나타내었다. 순철의 경우 이온질화 시에는 Fig. 5의 (a)에서 볼 수 있듯이 백색의 표면화합물층과 내부에 크고 작은 두 종류의 침상석출물들이 관찰되고 있으며, 많은 연구자들에 의하여 그 형태로 보아 큰 석출물은 γ' Fe_4N , 작은 석출물은 α'' $Fe_{16}N_2$ 라고 보고되고 있다.⁽¹¹⁾⁽¹²⁾⁽¹³⁾ 이러한 질화물들이 석출되는 이유는 본 실험에서 질화장치에 별도의 급냉장치가 없고 시편은 질화 후 진공중에서 상온까지 서냉되는 동안에 질화처리온도에서 과고용된 질소가 냉각과정에서 질화물로 석출되었기 때문이라고 생각된다.

Fig. 7의 X선 회절시험결과에서 순철과 SACM-1 강 모두 표면은 ϵ $Fe_{2-3}N$ 또는 γ' Fe_4N 화합물로 구성됨이 확인된다. 570°C에서 2 시간동안의 재가열처리 후 급냉 시의 조직은 Fig. 5(b)에서 볼 수 있듯이, 순철의 경우 석출물들이 거의 고용되어졌다고 생각되어지며, 표면화합물층은 약간 분해되기 시작함을 알 수 있다. 또한 570°C에서 2 시간동안의 재가열처리시, SACM-1 강에서는 조직의 변화는 거의 관찰할 수 없으며, 이온질화 상태에 비해 ϵ $Fe_{2-3}N$ 은 많이 분해되고 γ' Fe_4N 양도 감소하는 경향을 보여준다. 이는 α -Fe의 증가를 가져오는 것으로 기대된다.

Fig. 8과 Fig. 9의 X.M.A. 정성분석결과⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾ 재가열처리로 표면의 질소농도는 감소함을 확인할 수 있었다. 이는 X선 회절시험결과와 조직사진의 결과와도 잘 일치하고 있다. 570°C에서 5 시간 동안의 재가열처리로서 표면화합물층은 SACM-1 강과 순철 모두 상당히 분해됨을 알 수 있다.

Fig. 6은 Fig. 5의 동 시편에 대한 경도분포로써 SACM-1 강의 경우, 표면경도는 이온질화 상태의 경도 Hv 1200에서 570°C에서 2 시간 동안의 재가열처리로 약 Hv 1100으로 감소하였으며, 표면화합물층의 분해가 일어난 5 시간의

재가열처리시에는 약 Hv 920 까지 감소하고 있다. 이러한 재가열처리시간의 증가에 대한 표면경도의 감소원인은 표면 화합물층의 질소농도의 감소에 기인하는 것으로 생각된다. 또한 SACM-1 강의 확산층의 깊이는 이온질화 시 약 0.32 mm에서 570℃에서 2 시간 동안의 재가열처리로 약 0.40 mm, 5시간의 재가열처리로 약 0.43mm까지 증가하였으며, 경도도 증가하였다. 이는 표면의 질화물의 분해로 발생한 질소 원자의 고용경화에 기인하는 것으로 생각된다.

순철의 경우에도 같은 양상을 나타내고 있으며, 표면경도는 이온질화 직후 약 Hv 500 임에 반해 570℃에서 2 시간 동안의 재가열처리로 약 Hv 460 으로 감소하였으며, 5 시간의 재가열처리 시는 약 Hv 400 으로 감소하였다. 재가열처리시간이 증가함에 따라 확산층의 깊이와 경도분포는 SACM-1 강의 경우와 마찬가지로 역시 증가하였다. 이러한 조직 및 경도값의 변화경향으로 볼 때 이온질화 후 재가열처리로 인해 표면화합물층은 분해하며, 질소는 내부로 확산되어 표면경도는 약간 감소하나, 인성등은 증가될 것으로 기대되어진다.

4. 결 론

Al-Cr-Mo 강에 대하여, 질화온도와 질화시간을 변화시키면서 이온질화처리하고, 이온질화처리된 강에 대하여, Fe-N 이원계의 공석변태온도(590℃) 이하에서 재가열처리한 실험으로부터, 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 일정 가스압력(8 torr) 하에서 질화시간(2~8 시간)과 질화온도(460~570℃)의 질화조건을 변화시켜 이온질화처리한 결과, 이온질화처리된 강의 화합물층 및 확산층의 두께는 질화시간이 증가함에 따라 시간의 제곱근에 비례하여 증가하였으며, 질화온도 530℃에서 표면경도는, 모재의 경도인 약 Hv 280 에 비하여, 최대의 경도값인 약 Hv 1200 정도를 나타내었다.

2. 이온질화처리된 강의 경도분포는 Fe-N 이원계의 공석변태온도이하인 570℃에서 확산처리함으로써 증가하였으며, 재가열처리시간이 증가함에 따라 확산층은 증가하나, 표면경도는 표면화합물층의 분해로 감소하는 경향이 나타났다.

3. 이온질화처리후 재가열처리로 표면화합물층은 분해하였다. 분해된 질소는 내부로 확산 고용강화되므로 재료전체

의 인성등은 증가될 것으로 기대되어진다.

5. 후 기

본 연구는 (주)통일의 연구비 지원으로 수행되었으며 문성균사장님을 비롯한 임직원 여러분에게 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. 山中久彦: イオン窒化法, 日刊工業新聞社, 1976.
2. J. A. Lincoln: Metal progress, Vol.104, No.2, 1973, pp.72~73.
3. 曾根匠, 山中久彦: 日本金屬學會誌, Vol.41, No.6, 1977, pp.620~625.
4. 朴 承漸: 석사학위논문, 延世大學敎 大學院, 1981, p.2.
5. C. K. Jones and S. W. Martin: Metal progress, Vol.85, No.2, 1964, pp.94~98.
6. Yu. M. Lakhtin and Ya. D. Kogan: Electronnaya Obrab. Mater. 1976, pp.13~16.
7. 尹 鐘學, 金 文一: 延世大學敎, 延世論叢, 1982, 19輯, pp.359~368.
8. 佐藤吉彦: 熱處理, Vol.18, No.4, 1978, pp.21~216.
9. 曾根匠, 山中久彦: 日本金屬學會誌, Vol.40, No.9, 1976, pp.908~914.
10. D. H. Jack and K. H. Jack: chemical metallurgy of iron and steels, iron and steel Institute, London, 1973.
11. 高瀬孝夫, 中村康彦, 松浦孝昌: 熱處理, Vol.18, No.5, 1978, pp.249~254.
12. G. R. Booker.: Journal of the Iron and steel Institute, Vol.187, No.3, 1957, pp.205~215.
13. 高瀬孝夫, 中村康彦, 住友誠, 喜多清, 荻野兵衛: 日本金屬學會誌, Vol.40, No.7, 1976, pp.663~669.
14. 高瀬孝夫, 中村康彦, 松浦孝昌: 熱處理, Vol.19, No.2, 1979, pp.77~81.
15. 笠木達夫, 木村宏: 熱處理, Vol.26, No.4, 1986, pp.301~305.