

금형공구강의 이온질화에 미치는 이전열처리 조건의 영향

이재식 · 김한군* · 유용주

울산대학교 지역협력연구센터 기계부품 및 소재특성 평가 연구센터/첨단소재공학부
*부경대학교 공과대학 금속공학과

The Effect of Pre-Heat Treatment Parameters on the Ion Nitriding of Tool Steel

J. S. Lee, H.G. Kim* and Y. Z. You

RRC/ReMM., School of Mat. & Met. Eng., University of Ulsan
*Dept. of Met. Eng., Pukyong National University

Abstract The effects of pre-heat treatment(Q/T) on microstructure and hardness of STD11 and STD61 tool steel nitrided by micro-pulse plasma were investigated. The quenching temperature for obtaining matrix hardness of STD11 and STD61 steel on range of HRC 50 to HRC 60 desired for machine parts is about 1070°C and 1020°C respectively. The hardness of STD11 and STD61 quenched at the temperature was HRC 63 and HRC 56 respectively. The nitrided case depth of STD11 and STD61 nitrided at 550°C for 5 hours was independent of pre-heat treatment condition and the depth was approximately 100 μm . However, hardness and compactness of nitrided layer on Q/T treated specimen were higher than the annealed specimen. The case depth increased linearly with the increase of nitriding temperature, however, the hardness of nitrided layer decreased with the increase of temperature. Phase mixture of $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ and $\epsilon\text{-Fe}_{2.3}\text{N}$ was detected by XRD analysis in the nitrided layer formed at the optimum nitriding condition. The optimum nitriding temperature was approximately 490°C which was 10°C lower than the tempering temperature for preventing softening behavior of STD11 and STD61 matrix during nitriding process and the surface hardness of nitrided layer obtained by optimum pre-heat treatment condition was about Hv1400.

(Received December 15, 2000)

Key words: Plasma nitriding, Micro-pulse plasma, STD11, STD61, Q/T, Case hardening

1. 서 론

산업기계 부품에 대한 정밀성이 더욱 요구되고 있음에 따라 재료가공을 위한 고경도와 내마모성 등의 성능을 갖는 절삭공구 및 금형 등의 정밀도 유지와 수명향상을 위한 표면개질의 필요성이 점차 증대되고 있다. 이러한 요구를 충족시킬 수 있는 표면개질방법으로서는 침탄, 질화, PDT, CVD 및 PVD 등이 있다. PDT(Plasma Diffusion Treatment)는 C, N, B 등의 원소를 금속이나 강의 표면에 확산 침투시켜 내마모성 및 내식성을 향상시키는 표면경화처리 수단으로 플라즈마 에너지를 이용하여 강 표면에 특정 원소를 확산 침투시키는 표면경화 기술들이 여기에 속한다[1~2]. 그중 질화법은 900°C 이상에서 처리되는 침탄법에 비하여 상대적으로 낮은 온도인 600°C 이하에서 처리되므로 변형 등 열처리 결함으로 인하여 처리할 수 없는 정밀부품을 거의 변형없

이 처리 가능하므로 중요한 부품의 표면경화에 많이 이용되고 있다.

현재 통상적인 금형 열처리 방법으로는 대부분 Q/T(Quenching and Tempering)처리후 사용하거나, 또는 수명연장을 위하여 Q/T처리된 강을 질화처리, PVD 또는 CVD방법들이 응용되고 있다. 한편 공구강의 사용 용도에 적합한 최적의 질화층을 얻기 위해서 실시하는 이온 질화처리를 실시하기 전에 열처리를 실시하여 질화물의 생성에 적합한 조직과 모재경도의 조정이 필수적이다. 그러나, Q/T처리와 이온 질화에 의해서 생성되는 질화층과의 상관관계는 현장에서 경험적으로 얻어진 기술과 보고서만이 있을 뿐이며, SCM435강[9]외에는 어떤 관계를 갖는지에 대해서는 규명되어 있지 않은 실정이다.

따라서 본 연구에서는 여러 온도에서 Q/T처리한 금형용 공구강인 STD11과 STD61강을 이온 질화처리하여

각 단계에서 이온 질화처리와 열처리와의 상관관계를 규명하고 최적의 질화처리를 위한 Q/T에 대한 기초자료를 얻고자 하였다.

2. 실험방법

2.1. 시료

본 실험에 사용된 시편은 금형용 공구강인 STD11강 및 STD61강이며, 분광분석기(TJA, Atom Comp. -181, USA)로 분석한 화학조성은 Table 1과 같다. 시편은 환봉을 20×40 mm크기로 절단하여 열처리를 실시한 다음 탈탄층을 제거한 후 기계가공하여 제작하였다.

2.2. 전열처리

이온 질화처리를 위한 전열처리로서 어닐링과 Q/T처리를 실시하였으며, 어닐링은 각 시편마다 표준화된 조직을 얻기 위하여 870°C에서 각각 60분간 유지 후 노냉하였다. Q/T처리는 금형공구강으로서 갖추어야 할 기계적 성질을 부여하기 위하여 970°C, 1020°C 및 1070°C에서 60분간 유지한 후 공랭하였다. 그 후 인성을 부여하기 위해 100°C, 200°C, 300°C, 400°C, 500°C, 550°C 및 600°C에서 각각 60분간 유지후 공랭한 다음 템퍼링하였으며, 같은 방법으로 2회 반복하여 실시하였다.

2.2 질화처리 및 분석

본 실험에 사용된 PDT장치는 마이크로 펄스 플라즈마 장치(RüBiG, PN 50/80, Austria)를 사용하였으며, 그 개략도는 Fig. 1에 도시하였다. 그리고 균일한 질화처리를 위해 시편 표면에 존재하는 불순물이나 산화피막을 제거하기 위하여 표면을 연마지(#1200)로 연마한 다음 아세톤 중에서 초음파 세척한 후 장입하였다. 질화처리는 5시간동안 460°C~550°C의 온도 범위에서 H₂:N₂=2:8로 실시하였으며, 질화온도의 변화에 따른 Q/T처리와의 관계를 조사하였다.

열처리(Q/T)된 시편은 로크웰 경도기(Buehler,

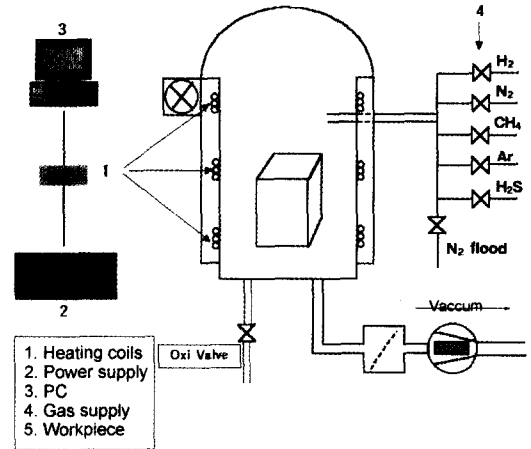


Fig. 1. Schematic diagram of micro-pulse plasma diffusion treatment apparatus.

Macromet-3)를 사용하여 C 스케일로 측정하였고, 질화처리된 시편은 마이크로 비커스 경도기(Mitutoyo, MVK-H1)로 측정하였으며, 측정시 가해 준 하중은 100 gf/15sec이었고, 시편의 최표면은 knoop압입자를 사용하였다. 최표면으로부터 깊이에 따른 경도는 다이아몬드 압입자를 사용하여 10 μm씩 내부로 들어가면서 각 부위에서 3회 이상 측정하여 산술평균값을 그 경도치로 하였다. 각 실험에서 처리된 시편은 광학현미경(Carl Zeiss, EL-Einsatz)과 주사전자현미경(SEM, JOEL, JSM-820)으로 형성된 경화층을 관찰하였다. 각 실험조건하에서 생성된 경화층의 상을 조사하기 위하여 X선 회절분석(Rigaku, D/Max-1B)을 실시하였다

3. 실험 결과 및 고찰

3.1. Q/T 처리온도가 소재의 경도에 미치는 영향

본 실험에 사용된 STD11강은 냉간단조금형, 프레스금형, 플라스틱금형, 절삭금형 및 절삭공구 등에 주로 사용되며, 유효사용 경도범위는 HRC57~62정도이며 요구되는 기계적 성질에 따라 열처리조건을 조금씩 달리 하고 있다[10,11].

Table 1. Chemical composition of specimen.

Specimens	Element								
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V	Fe
STD11	1.43	0.18	0.41	0.02	0.01	11.2	1.10	0.28	Bal.
STD61	0.41	1.12	0.41	0.02	0.01	5.2	1.23	1.10	Bal.

(wt.%)

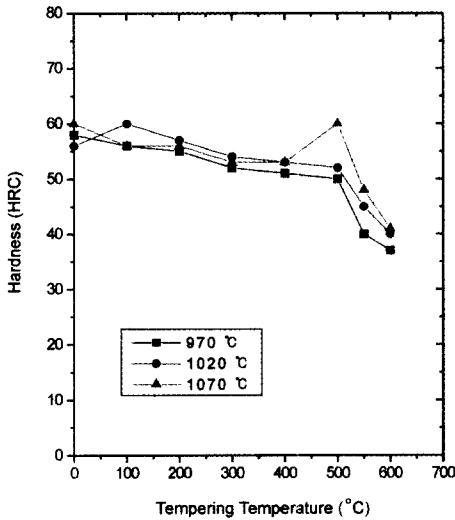


Fig. 2. Hardness versus tempering temperature curves of STD11 steel quenched at various temperature.

Fig. 2는 970°C, 1020°C, 1070°C에서 퀴칭하여 각 온도별로 템퍼링한 STD11강의 경도분포를 나타낸 것이다. 그림에서 보는 바와 같이, 970°C, 1020°C에서 퀴칭한 후 200°C부근에서 템퍼링한 시편의 경도는 각각 HRC57 및 HRC59로서 STD11강이 주로 사용되는 경도범위에 있으나 질화처리 온도구간인 500°C부근에서는 경도가 떨어지는 반면, 1070°C에서 퀴칭한 후 템퍼링한 시편은 500°C부근에서 HRC61로서 최대경도를 나타내었다. 이와 같이 500°C의 템퍼링온도에서 최대경도를 나타내는 것은 STD11강은 탄소가 약 1.4%로 많이 첨가되어 있어 잔류오스테나이트와 탄소량의 관계[12]에 따르면 퀴칭 처리후 잔류 오스테나이트가 30% 이상 많이 잔류하고 있으며, 오스테나이트화 온도가 증가할수록 탄소의 고용량이 높아져 잔류오스테나이트량이 증가하고 이 잔류오스테나이트가 템퍼링후 냉각과정에서 마르텐사이트로 변태하기 때문이다.

본 실험에 사용된 STD61강은 열간단조금형, 알루미늄 압출다이스 및 다이캐스팅 금형 등에 사용되며, 1% 정도의 V를 함유하고 있어 높은 적열경도와 열균열 및 마모에 대한 저항성이 크며, 높은 작업온도에서부터 급격한 냉각을 견딜 수 있으며[13], 이 강도의 유효사용 경도범위는 HRC50~57정도이다.

열처리 실험조건의 열처리곡선과 같이 970°C, 1020°C 및 1070°C에서 퀴칭처리하여 각 온도별로 템퍼링처리한 STD61강 시편의 경도분포를 Fig. 3에 나타내었다.

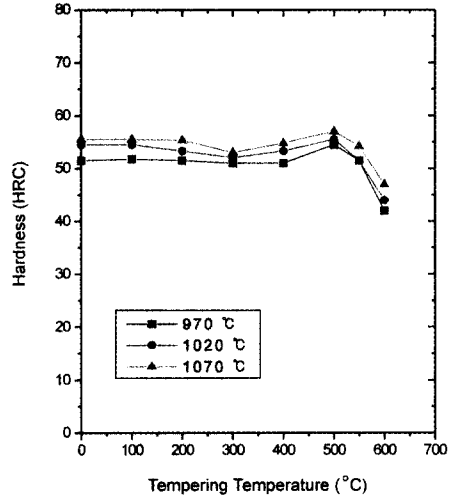


Fig. 3. Hardness versus tempering temperature curves of STD61 steel quenched at various temperature.

그림에서 보는 바와 같이, 전체적으로 550°C의 템퍼링 온도까지 온도에 따라 경도가 HRC50~58로 일정하게 유지되지만 550°C이상에서는 경도가 급속히 감소함을 알 수 있다. STD61 강은 약 0.4%의 탄소를 함유하고 있기 때문에 퀴칭처리 후 잔류오스테나이트량이 약 5%로서 템퍼링에 의해 잔류오스테나이트가 마르텐사이트로 상변태[12]가 일어나지만 경도의 변화는 크지 않은 것으로 생각된다.

상기의 결과를 기초로하여, 본 실험에서는 STD11강은 1070°C에서, STD61강은 1020°C에서 퀴칭하여 500, 550, 600°C에서 템퍼링한 시편을 질화처리용 시편으로 사용하였다.

3.2. Q/T처리가 질화에 미치는 영향

질화처리에 미치는 열처리의 영향을 조사하기 위하여 본 실험에서는 어닐링처리한 시편 및 퀴칭후 500°C, 550°C 및 600°C에서 템퍼링한 시편을 각각 질화처리하여 그 영향을 조사하였다.

(1) 어닐링과 퀴칭의 영향

실제 산업현장에서 사용되는 강은 용도에 따라 Q/T처리를 실시하고, 기계적 성질을 더욱 개선시키기 위하여 질화처리를 실시하기 때문에 생성되는 질화층은 전열처리의 영향을 많이 받고 있다.

어닐링한 시편과 퀴칭 후 500°C에서 템퍼링한 STD11강 및 STD61강을 490°C에서 5시간 동안 질화처리한

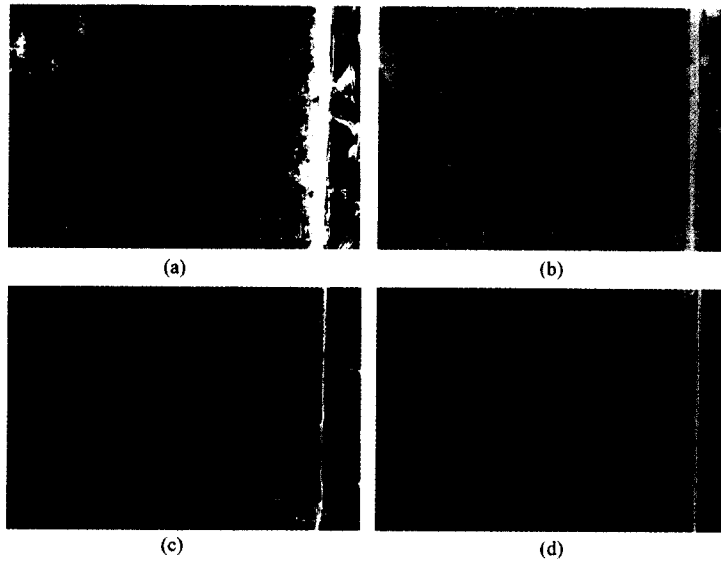


Fig. 4. Cross sectional view of STD11 [(a), (c)] and STD61 [(b), (d)] steel plasma nitrided at 490°C for 5 hours; (a) and (b) annealed, (c) quenched (1070°C) and tempered (500°C), (d) quenched (1020°C) and tempered (500°C).

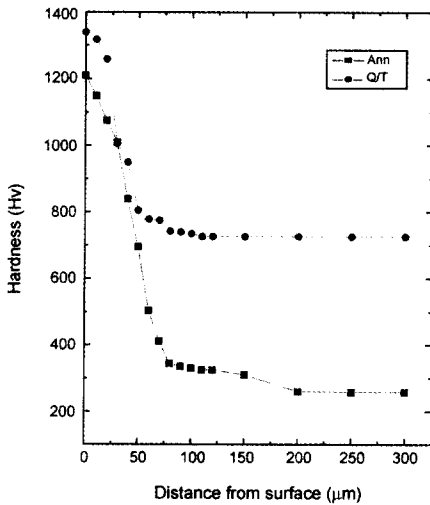


Fig. 5. Hardness profiles of STD11 steel ion nitrided at 490°C for 5 hours.

시편의 질화층 표면에서부터 내부로의 경도변화를 각각 Fig. 5와 Fig. 6에 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이 전처리로서 어닐링과 Q/T처리한 경우 표면경도는 STD11강은 각각 Hv1220 및 Hv1360이며, STD61 강은 각각 Hv1200 및 Hv1350이었다. 그리고 모재보다 경도값이 Hv50이상 되는 부분까지를 질화층으로 본다[14]면 전체 경화층은 모두 약 100 μm로 거의 동일

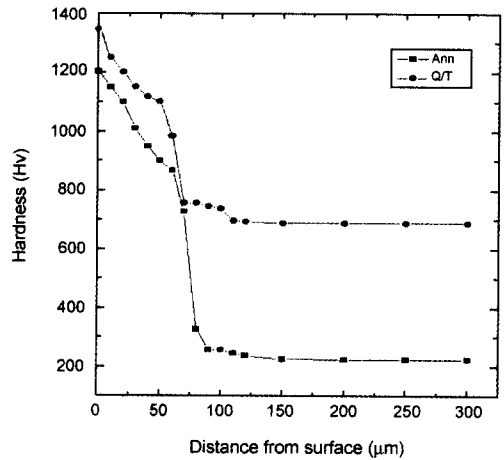


Fig. 6. Hardness profiles of STD61 steel ion nitrided at 490°C for 5 hours.

함을 알 수 있다. 그러나 어닐링한 시편의 질화층의 경도는 STD11강과 STD61강에서 공히 표면에서부터 내부로 들어갈수록 급격한 감소를 나타내고 있으나, Q/T 처리 후 질화처리한 시편의 경도저하는 비교적 완만함을 알 수 있다.

Fig. 4에 Fig. 5 및 Fig. 6의 조건으로 처리한 시편의 SEM 사진을 나타내었다. 사진에서 보는 바와 같이, Q/T처리후 질화처리한 시편이 어닐링한 시편보다 질화

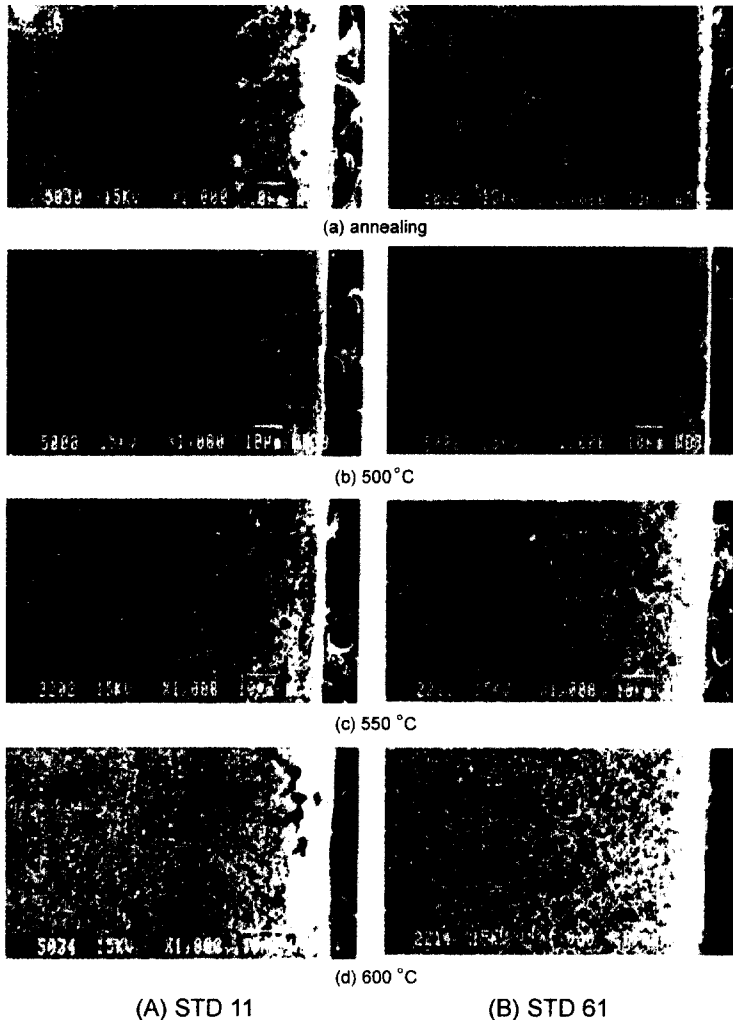


Fig. 7. Cross sectional view of STD11 and STD61 steel ion nitrided at 490°C.

층의 조직이 훨씬 더 치밀한 것을 볼 수 있다. 이러한 현상들은 전열처리의 방법으로서 Q/T처리를 실시하여 생성된 마르텐사이트에 의한 것으로 생각된다.

구조용 합금강의 경우[9]와 동일한 결과로서 금형공구강도 Q/T처리한 조직의 질화층이 어닐링처리한 경우의 질화층보다 더욱 치밀해짐으로서 Q/T처리 경우의 질화층의 경도값이 어닐링한 경우의 시편보다 더 크게 되는 것이다.

(2) 템퍼링온도의 영향

어닐링한 시편과 500°C, 550°C 및 600°C에서 템퍼링한 시편을 490°C에서 질화처리한 STD11강과 STD61강의 경도를 조사하였으며 그 결과를 각각 Fig. 8 및 Fig.

9에, 조직사진을 Fig. 7에 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이, 표면경도는 큰 차이를 나타내지 않으나 STD11강의 경우 500°C에서 템퍼링한 시편의 경도가 약 Hv1340으로 가장 높으며, STD61강도 500°C에서 템퍼링한 시편의 경도가 약 Hv1350으로 가장 높게 나타났다. 그러나 어닐링한 시편의 표면경도는 STD11강과 STD61강 공히 약 Hv1200으로서 유사한 값을 나타내었으나, Q/T처리한 시편보다는 약 Hv150정도로 경도값이 낮았다.

Fig. 7은 Fig. 8과 Fig. 9의 조건으로 처리한 시편의 SEM 사진이다. 사진들에서 보는 바와 같이 질화층 조직은 어닐링한 시편보다 Q/T 처리한 시편이 더욱 치밀하였으며, 500°C에서 템퍼링한 경우 가장 치밀한 질화

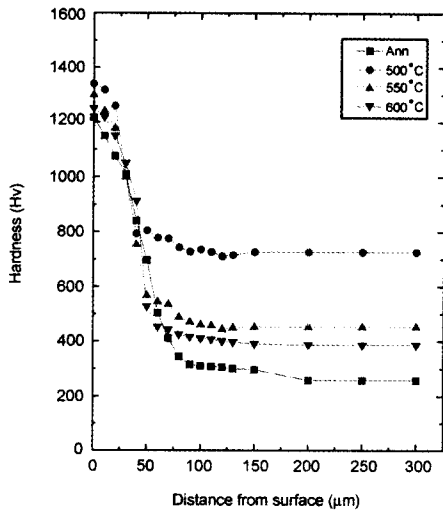


Fig. 8. Effect of annealing and tempering temperature on hardness profiles of STD11 steel ion nitrided at 490°C.

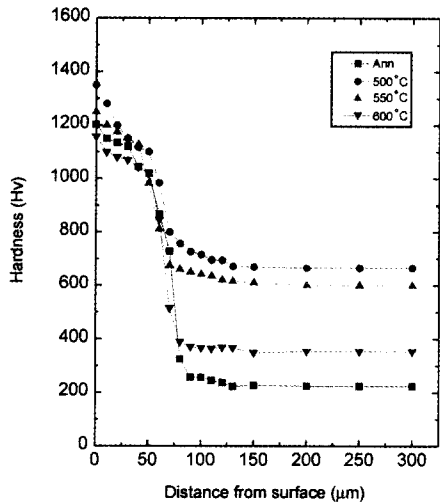


Fig. 9. Effect of annealing and tempering temperature on hardness profiles of STD61 steel ion nitrided at 490°C.

층을 얻을 수 있었다. 이와 같이 Q/T처리한 시편의 표면경도가 높은 것은 앞에서 언급한 바와 같이, 질화처리 전 Q/T처리를 생성된 마르텐사이트로 인하여 치밀한 질화물층이 형성되기 때문인 것으로 사료된다.

한편, 이들 질화처리한 시편에 형성된 화합물을 조사하기 위하여 X-선 분석을 실시하였으며, 그 결과를 Fig. 10 및 Fig. 11에 각각 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이, 전반적으로 생성되는 질화층은 γ -Fe₄N과 ϵ -

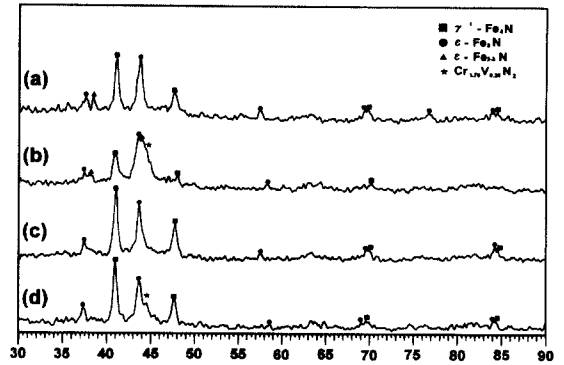


Fig. 10. X-ray diffraction patterns of the ion nitrided STD11 steel pre-heat treated at various temperature; (a) annealed (b) 500°C (c) 550°C (d) 600°C.

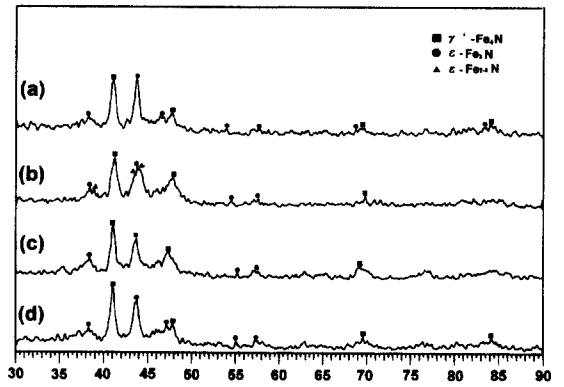


Fig. 11. X-ray diffraction patterns of the ion nitrided STD 61 steel pre-heat treated at various temperature; (a) annealed (b) 500°C (c) 550°C (d) 600°C.

Fe_{2,3}N의 혼합상으로 구성되어 있음을 알 수 있다. 그리고 Q/T처리의 경우 템퍼링 온도가 상승함에 따라 γ -Fe₄N의 양이 더 많아짐을 알 수 있다. 이것은 질화처리 과정에서 분해 및 생성된 N의 확산[15]이 주로 작용하였기 때문인 것으로 생각된다.

(3) 질화처리 온도의 영향

500°C에서 템퍼링한 STD11강 및 STD61강을 460°C, 490°C, 520°C 및 550°C에서 5시간 동안 각각 질화처리한 후 경화깊이에 따른 경도변화를 조사하였으며, 그 결과를 Fig. 12 및 Fig. 13에 각각 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이, 460°C에서 처리시 표면경도는 두 강종 공히 약 Hv1400 정도로 가장 높았으며, 처리 온도가 상승할수록 표면경도는 감소되어 550°C로 질화하였을 경우는 각각 약 Hv1180 정도로 가장 낮았다.

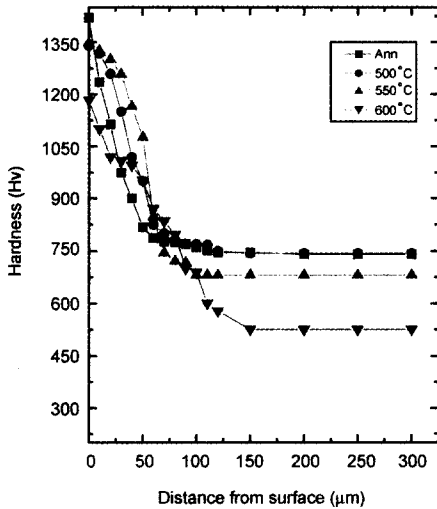


Fig. 12. Effect of nitriding temperature on hardness profiles of STD11 steel ion nitrided for 5 hours.

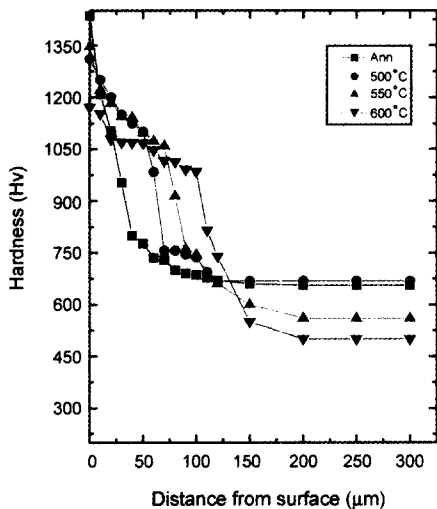


Fig. 13. Effect of nitriding temperature on hardness profiles of STD61 steel ion nitrided for 5 hours.

또한 처리온도에 따른 경화깊이는 처리온도가 상승할수록 더 깊어짐을 알 수 있었다.

이와 같이 높은 표면경도를 나타내는 이유는 플라즈마 질화시 표면에 형성된 경도가 높은 질화물인 $\epsilon\text{-Fe}_2\text{N}$ 과 $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ 이 존재하기 때문이다. 그리고 STD 계열강의 합금원소인 Cr, Mo, V등은 N과 화합하여 안정된 질화물을 만들고 이 미립자에 의한 $\alpha\text{-Fe}$ 격자내의 슬립의 방해[17]와 결정입계에서 α 격자내의 뒤틀림[17] 때문에 경도가 높아지는 것이다. 그리고 550°C에서 낮은 표면

경도를 나타낸 것은 석출된 질화물입자들이 고온으로 인하여 조대화되고 또한 표면에서 혼합가스와 고온에서 반응시 수소에 의한 스퍼터링 효과로 인한 질화물층의 분해[15]가 일어났기 때문인 것으로 생각된다.

질화처리전 Q/T처리된 모재경도는 STD11강은 약 Hv750 이고, STD61강은 약 Hv650이었다. 그러나 460°C 및 490°C에서 질화처리한 후에는 모재경도 변화가 거의 없었으나, 520°C에서 질화처리하였을 경우 SKD11강은 약 Hv680, STD61강은 약 Hv560으로 경도가 동일하게 감소하였다. 그리고, 550°C에서 질화처리하였을 경우 STD11강은 약 Hv520, STD61강은 약 Hv500으로 감소하였으며, 이는 질화온도가 템퍼링온도보다 높으면 어닐링효과에 의하여 모재의 경도가 감소된 때문인 것으로 생각되며 SCM440강의 경우에도 동일한 경향[9]을 나타내었다. 따라서 질화온도는 템퍼링 온도보다 10°C이상 낮은 온도에서 처리하여야 모재의 경도를 유지할 수 있다는 것을 알 수 있다.

4. 결 론

냉간공구강인 STD11강과 열간공구강인 STD61강의 마이크로 펄스 플라즈마 질화처리에 적합한 열처리 및 열처리가 질화처리에 미치는 영향에 대한 실험결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 전열처리 온도로 STD11강은 1070°C 그리고 STD61강은 1020°C에서 각각 퀴칭하였을 경우 플라즈마 질화처리에 적합한 사용경도를 얻기 위한 템퍼링 온도는 500°C가 적합하며, 이때 얻은 최대 경도는 각각 약 HRC63 및 약 HRC56 이었다.

2. 490°C에서 5시간 동안 질화처리하였을 경우 Q/T 처리한 시편과 어닐링 처리한 시편의 경화깊이는 약 100 μm로서 거의 같으나, Q/T처리한 경우가 더욱 치밀한 질화층을 형성하였다.

3. 질화온도가 템퍼링온도를 초과하면 모재경도의 저하를 초래하게 되므로 질화온도는 템퍼링온도보다 10°C 이상 낮은 온도에서 처리해야만 모재의 경도를 유지할 수 있다.

후 기

본 논문은 한국과학재단 지정 울산대학교 지역협력연구센터(기계부품 및 소재특성 평가 연구센터)의 지원으

로 수행되었으며 이에 감사드립니다.

참고문헌

1. U. S. Byon, G. H. Lee, K. S. Nam, S. C. Kwon: Bull of the Korea Inst. of Met. & Mater, 5(4) (1992), pp. 375.
2. K. T. Rie: Proc. of Plasma Surface Engineering: DGM. Inf,1(1989), pp. 201.
3. J. J. Egan: U. S. Patent NO. 1837256 (1931).
4. B. Berghaus: U. S. Patent NO. 3181029 (1965).
5. R. Grün, H. J. Günther: Materals sci. & Eng. A140 (1991), pp. 435.
6. U. Huchel, S. Dressler: Proc. of Int. Heat Treating Conf., Illinois (1994), pp. 143.
7. J. Bougdira, G. Henrion & M. Fabry: J. Phys, 24 (1991), pp. 1076.
8. E. Guiberteau, G. Bonhomme, R. Hugon, G. Henrion: Surface & Coatings Tech., 97(1997) 552.
9. 임영필, 박대철, 이재식, 유용주: 한국열처리공학회지 11(2) (1998) 99.
10. Y. Sun, T. Bell: Materals science & Eng., A140 (1991), pp. 419.
11. B. Edenhofer: Plasma Surface Eng., 1 (1989), pp. 257.
12. 진상화: 열처리 공학회지 2(1) (1989) 39.
13. KISCO: 특수강(1978), pp. 364.
14. 大和久重雄: 鋼熱處理 アウカルト, 日刊工業新聞社 (1978), pp. 183.
15. B. Eduenhofer: HTM 29(1974) 105.
16. C. W. KIM and S. I. LEE.; J. of the Korean Institue of Metals. 24(5)(1986) 572.
17. 윤재홍, 이상로, 변용선: “표면공학” 창원대학교출판부 (1996), pp. 51-69.