

反復 引張-壓縮荷重을 받는 이온窒化處理한 SM 45C의 疲勞破壞舉動에 關한 研究

禹 昶基*, 金 熙松 **

A Study on the Fatigue Failure Behavior SM45C on Ion-Nitrided under Alternating Tension-Compression Axial Loading

Chang Ki Woo, Hei Song Kim

Key words: Fatigue (疲勞), Carbon Steel (炭素鋼), Surface Crack (表面크랙),
Crack Propagation (크랙傳播), Ion-Nitrided (이온窒化處理)

ABSTRACT

This paper dealt with experimentally the effect of N_2 and H_2 gas mixtures ratio in the fatigue characteristics of SM45C on Ion-nitrided.

The specimen were treated water cooling after Ion-nitriding at 500 °C and 5 torr. in 80 % N_2 and 50 % N_2 gas mixtures ratio in the atmosphere for 3 hrs.

The hardness distribution and the depth of nitriding layer shows more increase in 80 % N_2 gas mixture ratio than 50 % N_2 . Ion-nitrided specimen for 80 % N_2 gas mixture ratio show more increase in fatigue strenght in the $>1.5 \times 10^5$ cycles region than 50 % N_2 .

In the $<1.5 \times 10^5$ cycles region, fatigue failure is due to cracking of the brittle nitrided case, and the propergation of the surface cracks into the core. But in the $>1.5 \times 10^5$ cycles region, it is found that cracks propagate from the non-metallic inclusions in the subsurface.

* 단국대 학교 대학원 기계공학과

** 단국대 학교 기계공학과

1. 序 論

金屬의 表面은 内部에 比해서 不安定하고 主위의 雰圍氣 物質의 吸着에 의해서 表面에너지가 低下하며 形狀變化는 應力集中을 일으키고 内部보다도 表面에서 發生應力이 높아진다. 그리고 그 材料의 降伏點 이하의 작은 應力에서도 反復되는 荷重이 걸리면 表面에 微小 미끄럼(Slip)을 일으킨다. 이 微小 미끄럼은 Forsyth¹⁾가 최초로 관찰한 것과 같이 突出된 凸凹을 형성하고 그것을 起點으로 疲勞龜裂이 발생하여 그 후의 反復應力으로 龜裂은 成長 進前하며 最終 破斷된다. 따라서 耐疲勞性을 向上시키기 위해서는 여러 종류의 表面硬化法이 실용화되고 있다. 그 表面硬化法中의 하나가 窒化法이다. 암모니아 가스에 의한 窒化法은 1923년에 A. Fry²⁾에 의해서 개발되어 오랜 역사를 가지고 있으나 종래의 가스窒化의 결점인 장시간처리 및 窒化層의 未生成 등을 해결하기 위해서 이온窒化法이 1932년 독일의 Bernhard Berghaus³⁾에 의해 개발된 이후 産業分野에서 널리 이용되고 있다.

疲勞舉動에 대한 窒化處理材의 영향으로 回轉굽힘 疲勞試驗에서는 山中久彦⁴⁾이 SCM4의 경우 疲勞限度가 89% 增加한다고 發表하였고, 小川喜代一⁵⁾은 窒化鋼에서 가스窒化處理材와 이온窒化處理材의 疲勞限度에 대한 比較實驗에서 이온窒化法이 가스窒化法보다 疲勞限度 上昇比가 약 10% 정도 높게 나타났으며 그 외에도 材質, 窒化處理條件 등이 다르지만 寺泥正男,⁶⁻⁸⁾ 田中眞一,⁹⁾ 中村宏¹⁰⁾ 등의 研究結果에서도 疲勞限度가 向上되고 있음을 發表하였다. 그리고 反復引張-壓縮 疲勞試驗에서도 B.K. Jones와 J.W. Martin¹¹⁾은 이온窒化處理가 疲勞限度의 증가를 가져왔다고 報告하였다.

본 研究에서는 SM45C의 이온窒化處理時 $N_2 : H_2$ 가스組成比의 변화가 疲勞破壞의 舉動에 미치는 영향을 實驗을 통하여 比較 分析하였다.

2. 이온窒化의 原理

이 方法은 Fig. 1의 그림¹²⁾에 表示한 것과 같이 $N_2 + H_2$ 混合가스를 1~10 Torr.의 稀薄雰圍氣의 眞空爐中에서 處理部品을 陰極(-), 爐壁을 陽極(+)으로 數百 V의 直流電壓을 걸어서 電壓電流特性曲線의 異常 Glow放電領域에서 放電을 일으켜 N^+ , H^+ 이온 및 NH_4^+ ($i = 1 \sim 5$) 이온을 발생시키고 이러한 이온이 處理部品の 表面에 높은 運動에너지를 가지고 衝突하여 處理溫度까지 加熱하면서 동시에 窒化를 행하는 方法이다. 爐溫의 均一性 및 Glow의 安全을 기하는 目的으로서 處理溫度附近까지 電熱方式에 의해서 豫熱한 後 Glow放電을 일으켜 窒化하는 方法도 이용되고 있다.

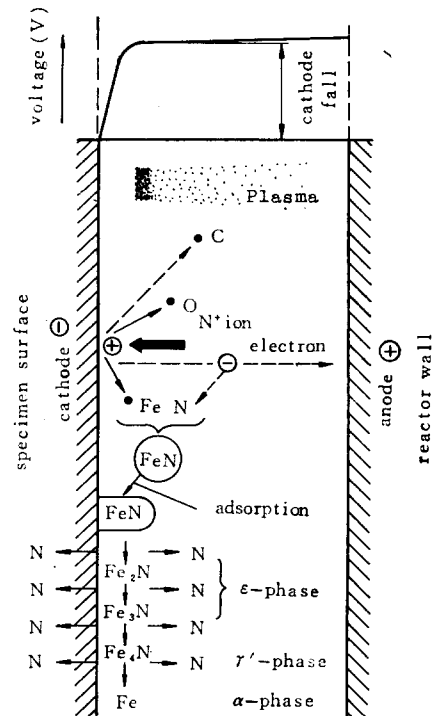


Fig.1 Schematic diagram of specimen surface reactions during ion-nitriding.

이온窒化에 의한 窒化方法은 Fig.1에 表示한 것과 같이 이온衝擊에 의해서 處理部品の 表面으로부터 Fe原子가 分離되면서 이것이 Plasma 中에서 高度로 活性化된 N와 결합해서 FeN (N 20.05%)로 되어서 점점 低濃度の 窒化物 FeN → Fe₂N → Fe₃N → Fe₄N로 變化를 일으켜 窒化가 進行된다. 이 과정중에서 放電된 N는 處理部品の 表面으로부터 内部로 擴散되고 다른 Plasma 中으로 되돌아가 FeN를 生成해서 窒化를 계속하게 된다.

3. 實驗材料

反復 引張 - 壓縮 疲勞 실험에 사용된 재료는

SM45C로 試片의 化學的 組成은 Table 1과 같고 試驗片規格 KSB 0801 제 4호의 引張特性은 Table 2와 같다.

Table 1 Chemical composition of SM45C (Wt.-%)

C	Si	Mn	P	S
0.445	0.207	0.674	0.04	0.016

Table 2 Mechanical properties

Yield Strength (kg/mm ²)	Tensile Strength (kg/mm ²)	Elongation (%)	Reduction of Area (%)
42	60	18	47

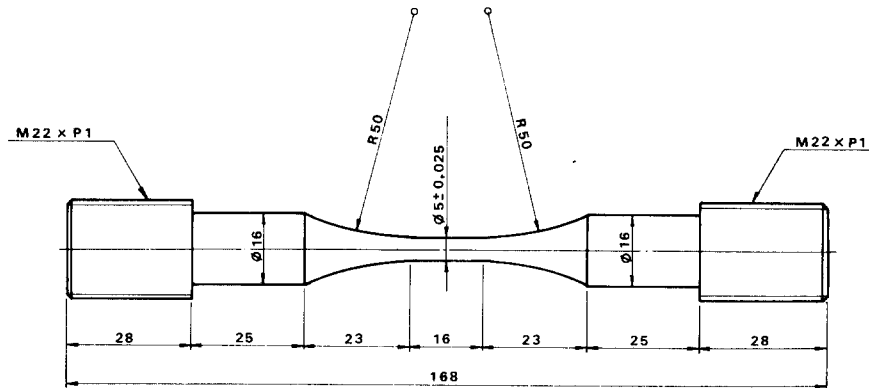


Fig.2 Dimension of specimen

疲勞試片의 規格은 Fig.2와 같다. 直徑은 오차를 0.5% 以內로 하고 그 表面은 흠집이나 Notch의 影響을 減少시키기 위해 Emery paper로 # 600부터 차례로 # 1200까지 길이방향으로 Papering 하였다. 이온窒化處理는 NIPPON DENSHI KOGYO CO.의 JIN ISS 모델로 하였으며 이온窒化處理 條件은 爐內壓力 5 Torr., 窒化溫度 500°C에서 N₂:H₂ 가스組成比를 각각 80:20, 50:50으로 變化시켰으며 窒化時間을 3時間으로 유지시킨후 水中急冷處理를 하였다.

4. 實驗方法

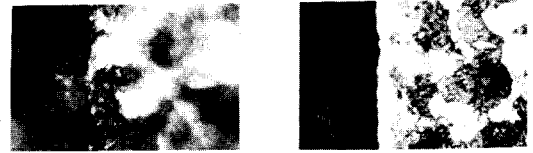
反復 引張 - 壓縮 疲勞實驗은 SAGINOMIYA의 DYNAMIC SERVO FATIGUE TESTER를 이용하였으며 實溫에서 正弦波形을 사용하여 荷重制御方式으로 荷重比 R = -0.5, 周波數는 30 Hz로 하였다. 試片破斷面의 損傷을 防止하기 위하여 試片이 破斷하면 自動的으로 機械의 作動이 멈추도록하였고, 疲勞限度는 10⁶ Cycles臺에서 求하였다.

그리고 破斷面의 特徵을 살피기 위해 SEM

(Scanning Electron Microscope) 촬영과 Microvickers hardness 測定을 하였다.

5. 實驗結果 및 考察

이온窒化時 $N_2:H_2$ 가스組成比의 變化에 따른 硬度分布는 Fig.3 과 같다. $N_2:H_2$ 가 80:20 인 경우의 表面硬度 (Hv420)가 $N_2:H_2$ 가 50:50 인 경우의 表面硬度 (Hv380) 보다 높았으며 이온窒化處理材가 水冷效果에 의해 試片의 中心部에서도 母材의 硬度 (Hv200)보다 全般的으로 약간 높은 傾向을 보였다.



(a) $N_2:H_2$ (50:50) (b) $N_2:H_2$ (80:20)

Photo.1 Microstructure of specimens at the various ion-nitrided SM45C (X800)

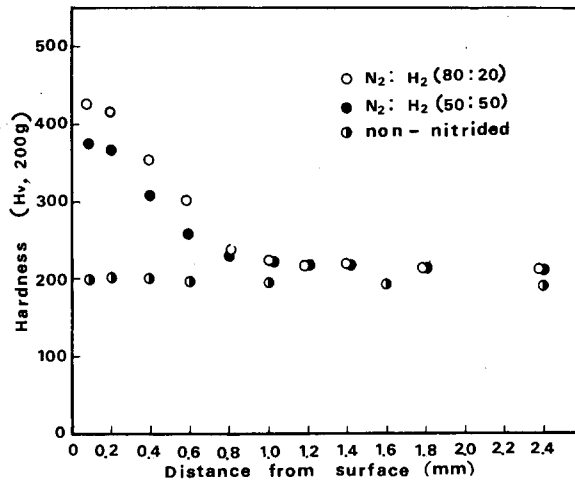


Fig. 3 Micro-vickers hardness distribution of the various ion-nitrided SM45C

이온窒化處理된 試驗片의 窒化物層을 X-Ray 回折法으로 分析하면 $\epsilon(Fe_{2-3}N)$, $\gamma'(Fe_4N)$ 및 $\alpha-Fe$ 의 三元組織으로 되어있다.¹³⁾ 특히 表面層은 주로 $\epsilon(Fe_{2-3}N)$ 組織으로 되어 있어 Alcoholic nitric acid etch. 로 腐蝕시켜 金屬顯微鏡 組織寫眞을 찍으면 Photo.1 에서 보는 바와같이 腐蝕되지 않고 희게 나타남을 알 수 있다. 이 部分을 合成層 (Compo-

und layer) 이라 부른다. 가스中에 N_2 의 量이 많은 경우가 窒素粒子의 擴散으로 合成層이 더 增加되는 것을 Photo.1의 (a), (b)의 비교에서 알 수 있다. $\epsilon(Fe_{2-3}N)$ 은 硬度가 큰 窒化物이기 때문에 合成層의 두께가 큰쪽이 表面硬度가 더 크게 된다. 擴散層 (Diffusion layer)은 窒素가 過剩되어 내부의 $\alpha-Fe$ 로 擴散되므로 N_2 만이 固溶하는 過飽和 固溶體가

되면서 단단한 窒化物을 形成하게 된다. 따라서 雰圍氣 가스中 N_2 가스量이 많은 경우가 擴散層 硬度도 增加하게 되는데 Fig.3 에서 보는 바와같이 Core 部分과 硬度的 變化가 확연히 區分되는 지점까지를 擴散層으로 볼 수 있다.

S-N 線圖이다. 母材의 疲勞限度는 34.38 kg/mm^2 이고 가스 組成比 $N_2 : H_2$ 가 50:50 인 경우는 42.02 kg/mm^2 , $N_2 : H_2$ 가 80:20 인 경우는 43.93 kg/mm^2 로 각각 22.2%, 27.8% 정도 向上되었음을 알 수 있다.

Fig.4 는 反復 引張-壓縮 疲勞實驗을 한

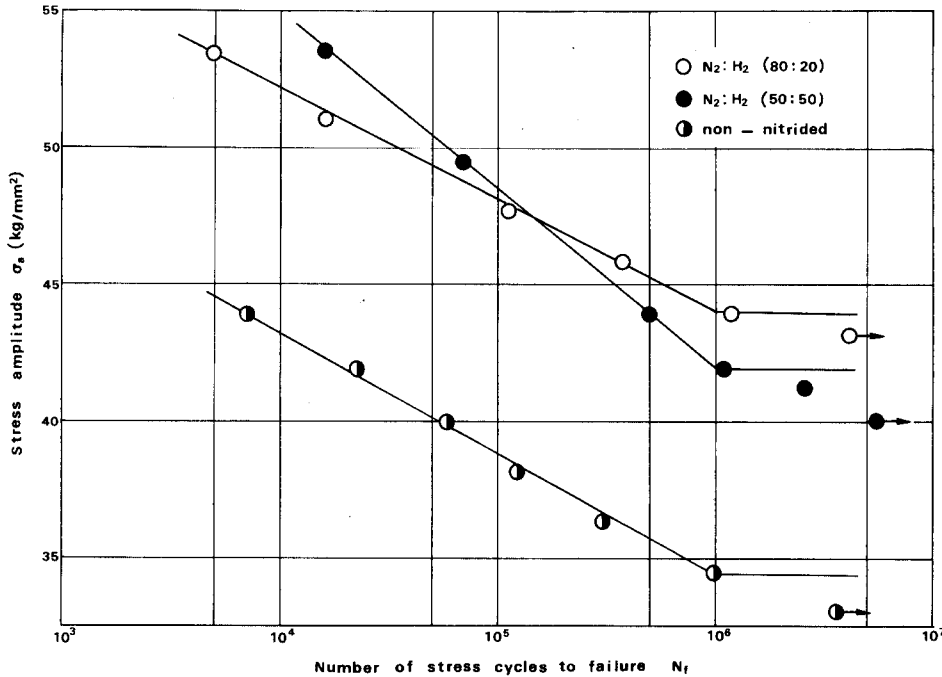


Fig.4 S-N diagram of the various ion-nitrided SM45 C

一般的인 表面硬化材의 疲勞強度 增加는 表面層의 材質硬化와 熱處理過程에서 表面層附近에 생긴 壓縮殘留應力의 影響에 原因이 있다고 보고되고 있다.¹⁴⁾

이온窒化處理材도 窒素의 固溶과 熱變形에 의해 表面硬化層 部分은 壓縮殘留應力이 걸리고 Core 部分에서는 引張殘留應力이 發生되는데¹⁵⁾ 表面에 존재하는 壓縮殘留應力으로 말미암아 反復應力中 龜裂의 成長과 傳播를 일으키는 引張應力을 감소시켜 龜裂의 傳播를 制御시키기 때

문에 疲勞限度가 向上되는 原因으로 볼 수 있다.¹⁴⁾ 그러나 1.5×10^5 Cycles 을 기준으로 하여 그 以下의 部分에서는 이온窒化處理時 N_2 가스量이 많은 경우가 오히려 破壞壽命이 減少하는 傾向을 보이고 있는데 이는 N_2 가스量이 많은 경우가 작은 경우보다 Core 部分에서의 引張殘留應力이 더 높아 이것이 反復應力($R = -0.5$)中 引張應力과 合해져서 높은 應力을 받는데 그 原因이 있는 것으로 思料된다.

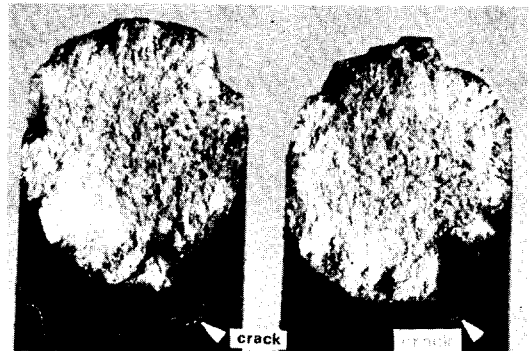
Photo.2는 非處理材의 破斷面을 나타내고

Photo.3 은 이온窒化處理材의 가스組成比 $N_2 : H_2$ 가 50:50 인 경우의 破斷面을 나타낸다. 非處理材의 경우 (a) 比較의 낮은 反復回數($< 5 \times 10^3$) 領域에서는 表面으로 부터 龜裂進展에 의한 破壞와 局部收縮에 의한 Cup and cone 形式의 破壞가 共存하지만 큰 反復荷重으로 인한 Cup and cone 形式의 지배를 더 받고, (b) 中間程度の 反復回數($5 \times 10^3 \sim 1.5 \times 10^5$) 領域에서는 表面의 起點으로부터 龜裂進展에 의한 破壞의 영향을 더 받는다. 그리고 (c) 比較의 높은 反復回數($> 1.5 \times 10^5$) 領域에서는 表面의 起點으로부터 충분히 龜裂이 進展된 後 Shear lip을 남기는 形態의 破壞를 보인다. 이온窒化處理材의 경우 (a) 比較의 낮은 反復回數 領域에서는 反復應力中 큰 引張應力의 영향과 表面層 硬化에 의한 脆性的

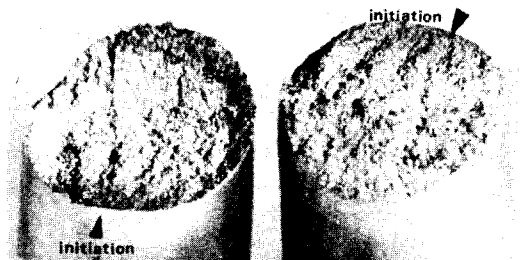
영향으로 表面의 여러 곳에서 Transverse crack 이 형성되면서 Slant 形態의 破壞를 보이고 (b) 中間程度の 反復回數 領域에서는 역시 反復應力의 영향으로 表面의 疲勞起點으로부터 龜裂이 전파되다 荷重方向과 45° 를 이루는 最大剪斷應力 方向으로 Shear lip을 남기는 破壞形態를 나타낸다. 그리고 (c) 比較의 높은 反復回數 領域에서는 反復應力中 引張應力의 크기가 中間程度나 比較의 낮은 反復回數 보다는 작아 表面의 壓縮殘留應力의 영향을 크게 받아 Case cracking 을 일으킬 만큼 크지 못하기 때문에 表面硬化層 밑의 非金屬 Inclusion 에 의한 Fish eye 로 부터 龜裂이 傳播되어 荷重方向에 直角을 이루는 Flat 한 破斷面을 이룬다.



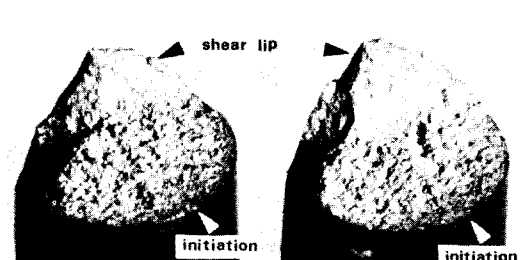
(a) $N_f = 2.3 \times 10^3$



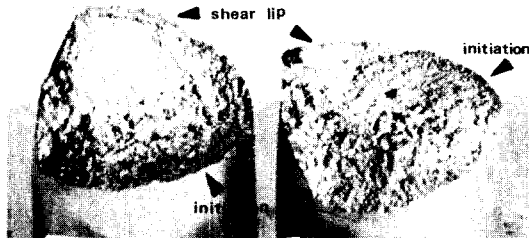
(a) $N_f = 3.0 \times 10^3$



(b) $N_f = 4.3 \times 10^4$



(b) $N_f = 4.6 \times 10^4$



(c) $N_f = 1.1 \times 10^6$

Photo.2 Optical fractograph of the SM 45C with non-nitrided

Photo.4는 $N_2 : H_2$ 가 50:50인 이온窒化處理材의 疲勞壽命 $N_f = 8.5 \times 10^2$ 인 경우의 破斷面을 SEM으로 찍은 것이다. (a)에서 보는 바와같이 試片 表面周圍의 여러 곳에 Transverse crack이 形成되어 있는데 이는 表面硬化層의 脆性이 큰 反復應力의 영향을 받아서 나타난 것으로 思料되며 (b)는 表面硬化層을 擴大시킨 사진으로 粒界脆性破壞(Intergranular brittle fracture)를 나타내고 (c)는 試片中心部로 이온窒化處理가 表面層만 硬化시키고 中心部の 延性は 크게 변화시키지 않기 때문에 크고 작은 Dimple이 보인다.

Photo.5는 $N_2 : H_2$ 가 50:50이고 $N_f = 2.6 \times 10^4$ 인 경우의 破斷面 SEM 사진이다. (a)는 ①의 첫번째 起點으로부터 龜裂이 傳播되어 나오다 後에 생긴 起點의 龜裂傳播에 의해 急速破斷面 ④를 形成하는 形態를 보이고 있다. ⑤는 2nd initiation에 인접한 부분이다. (b)와 (f)는 粒界脆性破壞를 나타내고 첫번째 起點에 인접한 부분 (c)는 疲勞荷重으로 인해 粒界에 연해서 Striation이 나타나는 粒界疲勞破壞(Integrannual fatigue fracture)을 보인다. (d)는 中心部 ③으로 Striation과 Dimple이 같이 나타나고 (e)는 急速破斷面으로 混合된 形態의 破斷面을 나타낸다.



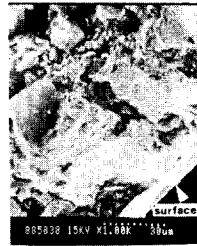
(c) $N_f = 2.6 \times 10^6$

Photo.3 Optical fractograph of the ion-nitrided SM45C ($N_2 : H_2 = 50 : 50$)

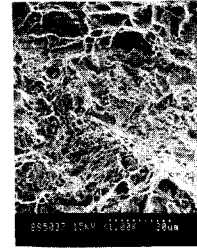
Photo.6은 $N_2 : H_2$ 가 80:20이고 $N_f = 2.6 \times 10^6$ 인 경우의 破斷面 SEM 사진이다. (a)에서 보는 바와같이 反復應力과 試片의 殘留應力の 合이 表面硬化層에 龜裂을 일으킬 만큼 충분히 크지 못하고, 窒素의 擴散이 작아져서 中心部の 硬度和 거의 같아지는 地點의 非金屬介在物이 그 부분을 強度的으로 대단히 약하게 하기 때문에 Subsurface 부근의 介在物에서 龜裂이 發生되어 Fish eye를 일으키고 이것을 起點으로 龜裂이 傳播되어 나가는 것으로 생각된다. (b)에서 보면 Fish eye ①의 疲勞核으로부터 잘 發達된 放射狀 破面이 보인다. (c)는 Fish eye ②의 疲勞核部分을 擴大한 것으로 B.K.Jones과 J.W.Martin¹¹⁾의 論文結果와 같이 Inclusion과 Matrix사이의 Void로부터 龜裂이 發生되고 있음을 보여주고 있다. (d)는 試片의 中心部分 ③의 擴大寫眞으로 크고작은 Dimple과 一部에 Striation이 나타난다. (e)는 急速破斷面 ④의 擴大寫眞으로 擬壁開(Quasi-cleavage) 破壞와 작은 Dimple이 混在되어 있는 형태이고, (f)는 表面硬化層 ⑤의 部分으로 粒界破壞形態를 보이는데 가장자리가 흰 光澤이 나는 부분이 合成層이다.



(a) Macrofractograph

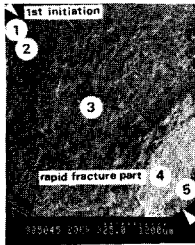


(b) Area ①



(c) Area ② (center region)

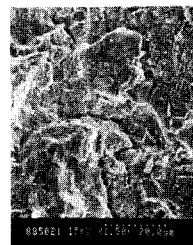
Photo.4 SEM fractograph of the ion-nitrided SM45C
($N_2 : H_2 = 50:50$, $N_f = 8.5 \times 10^2$)



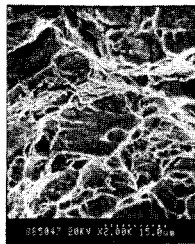
(a) Macrofractograph



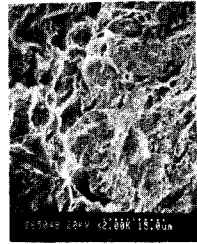
(b) Area ①



(c) Area ②



(d) Area ③

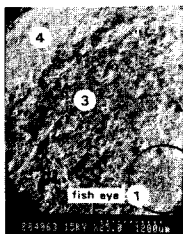


(e) Area ④

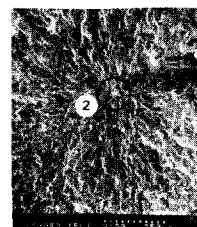


(f) Area ⑤

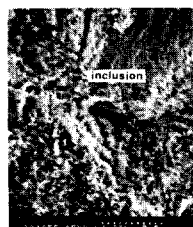
Photo.5 SEM fractograph of the ion-nitrided SM45C
($N_2 : H_2 = 50:50$, $N_f = 2.6 \times 10^4$)



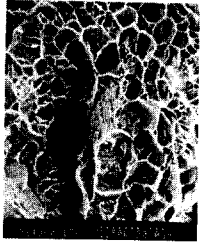
(a) Macrofractograph



(b) Area ①



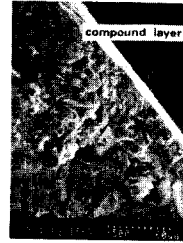
(c) Area ②



(d) Area ③



(e) Area ④



(f) Area ⑤

Photo.6 SEM fractograph of the ion-nitrided SM45C
($N_2 : H_2 = 80 : 20$, $N_f = 2.6 \times 10^6$)

6. 結 論

SM45C의 이온窒化處理時 $N_2 : H_2$ 가스組成比의 變化가 反復 引張-壓縮 荷重을 받는 경우의 疲勞破壞舉動에 미치는 영향을 實驗을 통하여 考察한 結果 다음과 같은 結論을 얻었다.

(1) 이온窒化處理時 N_2 가스량을 크게 한 경우가 合成層, 擴散層 및 硬化層의 硬度가 增加되었으며, 이온窒化處理材가 非處理材보다 全般的으로 疲勞限度가 向上되었다.

(2) 이온窒化處理時 N_2 의 가스량을 크게 하면 적은 경우보다 疲勞限度가 增加되며, 比較的 높은 反復回數인 1.5×10^5 cycles 이하의 영역에서는 N_2 가스량이 큰 경우가 적은 경우보다 疲勞破壞壽命이 減少된다.

(3) 非處理材의 破斷面은 比較的 낮은 反復回數 ($< 5 \times 10^3$)에서는 表面으로부터의 龜裂進展과 Cup and cone 形式의 破壞가 共存하지만 주로 Cup and cone 形式의 破壞에 支配되며, 中間程度의 反復回數 ($5 \times 10^3 \sim 1.5 \times 10^5$) 領域에서는 表面 起點으로부터 龜裂進展에 의한 破壞의 영향을 더 받았다. 그리고 比較的 높은 反復回數 ($> 1.5 \times 10^5$) 領域에서는 表面의 起點으로부터 충분히 龜裂이 進展된 後 Shear lip을 發生시키는 破壞形態를 보인다.

(4) 이온窒化處理材의 破斷面은 比較的 낮은 反復回數 領域에서는 表面의 여러 곳에서 Transverse crack 이 形成되면서 Slant 形態의 破壞를 보이고, 中間 程度의 反復回數 領域에서는 表面 몇 곳의 起點으로부터 龜裂이 進展된 後 Shear lip이 發生되는 破壞가 나타나고, 比較的 높은 反復回數 領域에서는 Subsurface의 非金屬介在物에 의한 Fish eye로부터 龜裂이 傳播되어 荷重方向과 直角을 이루는 Flat 형태의 破壞를 보인다.

[參 考 文 獻]

- 1) P.J.E.Forsyth, 1969, The Physical Basis of Metal Fatigue, American Elsevier Publishing Co., New York.
- 2) A.Fry, 1923, Stahl u.Eison, 43, P. 1271.
- 3) B.Edenhofer, 1977, Production Ion-nitriding, Source Book on Nitriding. ASM, pp.181-185.
- 4) 山中久彦, 1976, イオン窒化法, 日刊工業新聞社.
- 5) 小川喜代一, 1978, 鋼の耐疲勞性に 關連する 熱處理法の 問題點, 機械の研究.

- Vol. 30, No.11, pp.1288-1294.
- 6) 寺泥正男, 吉岡靖夫, 浅見克敏, 1967, タフトライド 処理鋼の 疲勞破壊に 關する 研究 (殘留應力の 舉動について), 材料, Vol. 16, No.171, pp. 991-996.
 - 7) 寺泥正男, 吉岡靖夫, 浅見克敏, 1968, タフトライド 処理鋼の 疲勞破壊に 關する 研究 (組織および 殘留應力の 變化について), 材料, Vol. 17, No.183, pp.1114-1119.
 - 8) 寺泥正男, 吉岡靖夫, 浅見克敏, 1972, タフトライド 處理鋼の 疲勞破壊に 關する 研究 (切欠き 材の 疲れについて, その1), 日本機械學會論文集, 38 卷, 301 號, pp. 1142-1153.
 - 9) 田中眞一, 初野耕三, 夏井由郎, 中村宏, 1969, タフトライド 處理鋼の 疲勞強度, 材料, Vol.18, No.194, pp.970-975.
 - 10) 中村宏, 岡崎章三, 堀川武, 松田昭三, 草野兵衛, 1972, タフトライド 處理材の 疲勞強度, 川崎技報, 47 號, pp.1-10.
 - 11) B.K.Jones, J.W.Martin, 1978, Fatigue Failure Mechanisms in a Nitrided En41B Steel, Metals Technology, July, pp.217-221.
 - 12) B.Edenhoffer, 1974, Härtereitechn. Mitt., 29, p.105.
 - 13) 康明順, 尹種學, 李源平, 1987, 炭素鋼の 機械的 性質を 改善하기 위한 이온窒化處理의 應用에 關한 研究, 自動車工學會誌, Vol.9, No.2, pp.28-33.
 - 14) L. Magnusson, 1973, Low Cycle Behavior of Case Hardened Steel, Mechanisms of Deformation and Fracture, P.105-110.
 - 15) B.K.Jones, J.W.Martin, 1977, Residual Stress Distribution in Nitrided En41B Steel as Function of Case Depth, Metals Technology, November, pp.520-523.