

이온질화처리한 SCM4 강의 회전굽힘 부식피로
특성에 관한 연구

이 두용*, 우 창기**

A Study on the Corrosion Fatigue Characteristics of
Ion-nitrided SCM4 Steel in Rotating Bending

Du Yong Lee*, Chang Gi Woo**

ABSTRACT

This paper deals with the effect of N_2 and H_2 gas mixture ratio and ion-nitriding time in the corrosion fatigue fracture behavior of ion-nitrided SCM4 steel with notch subject to rotary bending stress.

The specimens were treated rapid water cooling after ion-nitriding at 500 °C and 5 Torr for 1 hour and 3 hours in gas mixtures of 80 % N_2 and 50 % N_2 . The fatigue limit and the fracture strength of corrosion fatigue depended on N_2 gas quantity and ion-nitriding time. The ion-nitrided specimens showed about 88~158% increase in the fracture strength of corrosion fatigue in 10^6 cycles than non-nitrided specimens.

The corrosion failure is due to corrosion pitting of the surface, and the propagation of cracks started at the surface into the core.

* : 인천대학교 교육대학원

** : 인천대학교 기계공학과

1. 서 론

부식환경하에서 반복하중이나 변동하중을 받는 부식피로는 대기중에서 균열생성 및 균열전파 속도보다 빠르게 파손에 도달하므로 기계나 구조물 등에 사용되는 각종 실용재료의 부식환경하에서 갖는 피로특성을 파악하는 것은 공학상 중요하여 이것에 대한 연구가 많이 진행되고 있다.

Achter⁽¹⁾는 피로크랙의 환경효과를 Speidel⁽²⁾은 파괴에 미치는 환경의 영향 등을 연구하였고, Rollins⁽³⁾, Ebara⁽⁴⁾, Okada⁽⁵⁾ 등은 NaCl수용액의 농도변화에 따른 부식피로의 영향을 고찰하였다. 그리고 이온질화처리강의 피로강도 향상에 대한 연구^(6~11)도 많이 발표되었지만 부식피로 파괴에 대한 연구는 거의 없는 상태이다.

본 논문에서는 기계용 부품 소재로 많이 사용되는 SCM4강에 대하여 이온질화처리시 N₂ : H₂ 가스조성비 변화와 처리시간의 변화에 따른 효과가 회전굽힘을 받는 부식피로 파괴의 거동에 미치는 영향을 연구하였다.

2. 시험편 및 실험방법

2-1. 실험재료 및 시험편

부식환경하의 회전굽힘 피로시험에 사용된 재료는 SCM4강으로 화학적 조성은 Table 1과 같고, 기계적성질은 Table 2와 같다.

시험편의 형상은 Fig. 1에 표시한 바와 같이 환상노치재의 이온질화 특성을 고찰하기 위해 시험편 중앙부에 반경 1.5mm의 환상노치를 주었으며 실험오차를 가능한한 줄이기 위해 직경의 공차는 0.5% 이내로 하고 시험편의 표면은 흠집의 영향을 감소시키기 위해 사포(emery paper)와 산화알루미늄(Al₂O₃)분말을 사용하여 연마하였다. 시험편의 응력집중계수(α)는 Neuber의 이론을 기초로 한 Peterson의 식⁽¹²⁾을 사용하면 α 는 1.59이다.

이온질화처리는 NIPPON DENSHI KOGYO CO.의 JIN ISS모델을 이용하였으며 이온질화처리 조건은 노내압력 5Torr, 노내온도 500°C에서 N₂ : H₂ 가스 조성비를 각각 80 : 20, 50 : 50으로 변화시켰으며 이온질화처리 시간은 1시간과 3시간으로 유지시킨 후 수중 급냉처리를 하였다.

이온질화처리를 하지 않은 모재는 M재라 칭하고 Table 3에서 보는 바와같이 N₂ : H₂가스 조성비가 50 : 50이고 이온질화처리 시간이 1시간인 경우를 A1재, 3시간인 경우를 A3재라 부르고 N₂ : H₂ 가스조성비가 80 : 20이고 이온질화처리시간이 1시간인 경우를 B1재, 3시간인 경우를 B3재라 분류한다.

Table 1. Chemical composition of SCM4 steel (wt.-%).

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
0.403	0.261	0.632	0.028	0.009	1.104	0.172

Table 2. Mechanical properties of SCM4 steel.

yield strength (Mpa)	tensile strength (Mpa)	elongation (%)	reduction of area (%)
814	961	17.5	44

Table 3. Classification of Specimens.

N ₂ : H ₂	ion-nitriding time	
	1 hour	3 hours
50 : 50	A 1	A 3
80 : 20	B 1	B 3

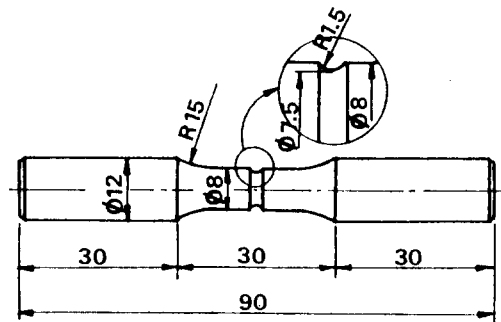


Fig. 1 Dimensions of specimen (unit;mm).

2-2. 실험장치 및 실험방법

피로시험은 3,600 rpm의 오노식(Ono's type) 회전굽힘피로시험기를 사용하여 피로한도는 10^7 cycles대에서 구하였다.

Fig. 2는 부식피로 시험장치의 개요도이다. 부식액은 증류수에 NaCl을 용해시켜 만든 3% NaCl 수용액으로 하였고, 공기펌프(air pump)를 이용하여 산소를 포화시켜 용존산소량을 7.0~7.5 ppm으로 유지하였으며; 부식액의 온도는 자동온도 조절장치와 냉각기에 의해 $25 \pm 1^\circ\text{C}$ 로 제어시켰다. 그리고 부식액의 공급방식은 순환펌프(circulate pump)와 유량조절 밸브를 사용하여 1,000ml/min로 시험편위에 적하시켰다. pH는 Water Quality Checker(WQC-2A)를 이용 수시로 측정하여 7.0 ± 0.5 의 상태를 유지하도록 하였으며 시험편은 시험중 전기적으로 서로 독립되도록 주의하여 자유부식 상태로 하였다.

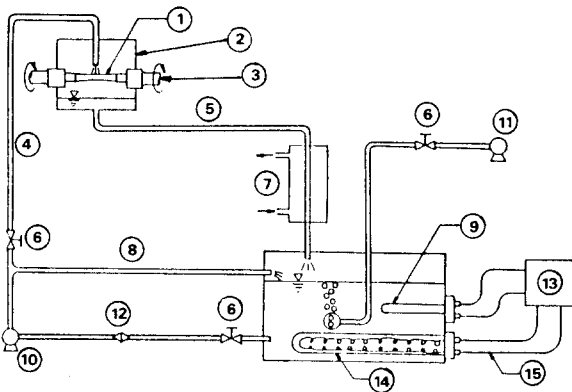
3. 실험결과 및 고찰

3-1. 이온질화재의 기초적 성질

이온질화처리시 $\text{N}_2 : \text{H}_2$ 가스조성비의 변화에 따른 경도분포는 Fig. 3과 같다. 표면부근에서의 경도는 B3재(Hv680), A3재(Hv575), B1재(Hv550), A1재(Hv470) 및 M재(Hv274)의 순서로 나타났으며 중심부에서도 이온질화처리재가 수냉효과에 의해 전반적으로 약간 높은 경향을 보였다. 경도는 이온질화처리시 $\text{N}_2 : \text{H}_2$ 가스조성비 중 N_2 가스량과 이온질화시간의 증가와 더불어 향상되는 것을 알 수 있다. 그리고 실험조건인 이온질화시간이 3시간 이내에서는 N_2 가스량보다는 이온질화시간이 긴 경우가 경도에 더 큰 영향을 주었다.

이온질화 처리된 시험편의 질화물층을 X선 회절법(X-ray diffraction method)으로 분석하면 Fig. 4와 같이 주로 $\epsilon(\text{Fe}_{2-3}\text{N})$, $\gamma'(\text{Fe}_3\text{N})$ 및 $\alpha\text{-Fe}$ 의 세 조직으로 되어있는 것을 알 수 있다. N_2 의 가스량이 많고 이온질화처리시간이 긴 B3재가 ϵ 과 γ' 조직이 가장 크게 나타났고 B1재와 A3재는 큰 차이가 없으며, N_2 가스량이 적고 이온질화처리 시간이 짧은 A1재가 가장 적은 ϵ 과 γ' 조직을 보이고 있다. 이 중 ϵ 조직은 잘 부식되지 않으므로 3% 니탈(nital)용액으로 부식시켜 조직사진을 찍으면 Fig. 5에서 보는 바와 같이 희게 나타나는데 B3재, B1재, A3재 및 A1재의 순서로 흰색띠의 크기를 보이고 있다. 이층을 합성층(compound layer)이라 부른다.

합성층 밑은 확산층(diffusion layer)으로 질소가 과잉되어 내부의 $\alpha\text{-Fe}$ 로 확산되므로 N_2 가 고용되는 과포화 고용체가 되면서 단단한 질화물을 형성하게 된다. 이 합성층과 확산층이 경도의 향상을 가져오는데 N_2 의 가스량과 질화처리시간에 비례함을 알 수 있다. Fig. 6은 이온질화처리재의 표면부근에서의 잔류응력을 측정된 값을 표시한 것이다. 다소 폭을 나타내고 있지만 B3재가 약 -304 MPa,



- | | |
|----------------------|--------------------|
| 1. Specimen | 2. chamber |
| 3. chuck | 4. input pipe |
| 5. output pipe | 6. control valve |
| 7. cooler | 8. return pipe |
| 9. thermocouple | 10. circulate pump |
| 11. air pump | 12. filter |
| 13. heat control box | 14. heater |
| 15. lead wire | |

Fig. 2 Schematic diagram for corrosion fatigue apparatus..

A3재가 약 -275 MPa, B1재가 약 -216 MPa 그리고 A1재가 약 -137 MPa로 표면경도의 크기와 같은 순서를 나타내고 있다. 이는 이온질화처리시 질소가 철의 격자에 침투하여 발생되며 침투된 농도에 따라 그 분포나 크기가 달라지는 것으로 생각되고 있는데 합금강의 경우 Cr원소가 질화과정에서 CrN형태로 바뀌므로 부피가 증가하여 압축잔류응력이 발생하는 원인이 된다.⁽¹³⁾

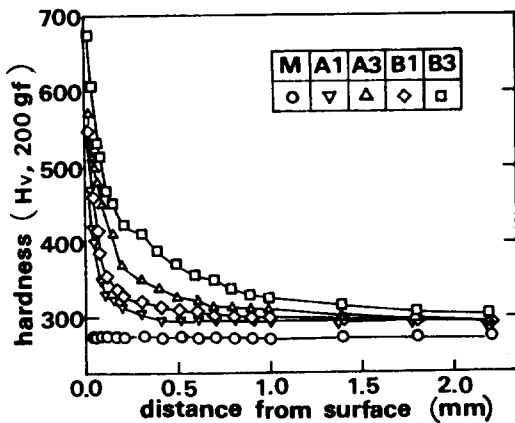


Fig. 3 Microvickers-hardness distribution of various ion-nitrided SCM4 steel.

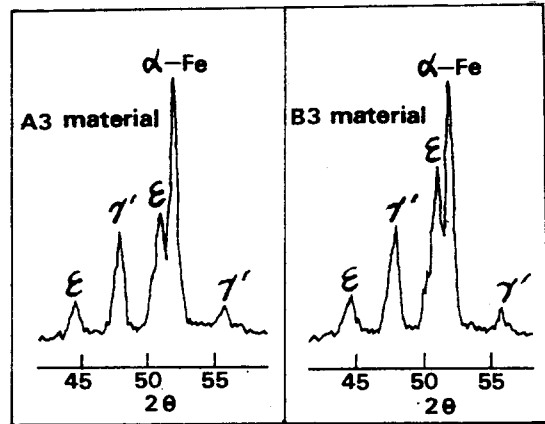


Fig. 4 X-ray diffraction intensity curves obtained from surface of various ion-nitrided SCM4 steel.

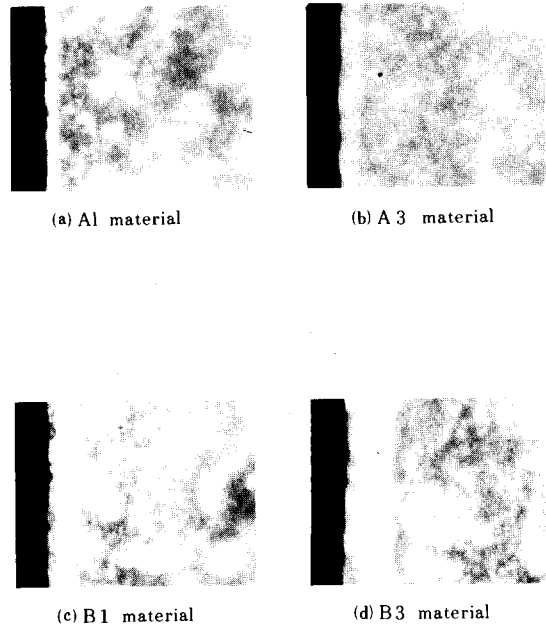
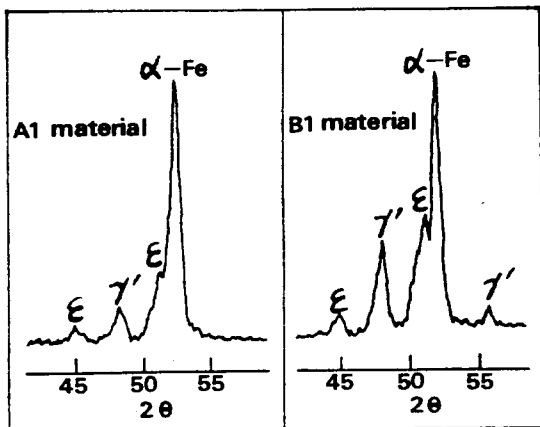


Fig. 5 Microstructure of specimens at the various ion-nitrided SCM4 steel (X400).

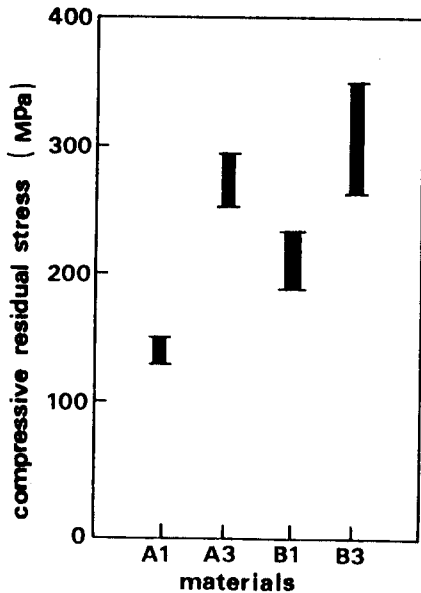


Fig. 6 Residual stress obtained from near surface of various ion-nitrided SCM4 steel.

3-2. 부식피로실험

이온질화처리재와 무처리재의 공기중에서의 피로시험결과를 Fig. 7에 나타냈다. 10^7 사이클을 기준으로한 M재의 피로한도는 178MPa, A1재는 427 MPa, B1재는 451 MPa, A3재는 462 MPa 그리고 B3재는 497 MPa으로 이온질화처리재가 무처리재에 비해 약 140~180%의 피로한도 상승을 가져왔다. 일반적인 표면경화재의 피로강도 증가는 표면층의 재질경화와 열처리 과정에서 표면층부근에 생긴 압축잔류응력에 원인이 있다고 보고 있다.⁽¹⁴⁾ 이온질화처리재도 질소의 고용과 열변형에 의해 표면경화층 부분은 압축잔류응력이 걸리고 중심부에서는 인장잔류응력이 발생되는데⁽¹⁵⁾ 표면층에 존재하는 압축잔류응력이 반복응력 중 균열의 성장과 전파를 일으키는 인장응력을 감소시켜 균열의 전파를 억제시키기 때문

에⁽¹⁴⁾ Fig. 6에서 보는 바와 같이 표면층의 압축잔류응력이 큰 B3재, A3재, B1재, A1재의 순서로 피로한도가 증가되는 것을 알 수 있다.

Fig. 8은 M재의 S-N곡선을 표시한다. 3% NaCl 수용액에서의 부식피로는 부식과 피로응력이 동시에 작용하므로 그 수명이 공기중에서의 경우보다 현저히 감소되고 있다. 10^6 사이클을 기준으로 하여 부식피로 파괴시의 강도는 약 120 MPa으로 공기중에서의 파괴강도 약 196 MPa에 비해 39% 정도 저하되었다.

Fig. 9는 이온질화처리재의 S-N곡선을 나타낸다. 역시 3% NaCl 수용액중에서의 부식피로는 공기중에 비해 그 수명이 감소되지만 10^6 사이클을 기준으로 할 때 부식피로 파괴시의 강도는 B3재가 약 310 MPa, A3재가 약 285 MPa, B1재가 약 260 MPa 그리고 A1재가 약 225 MPa으로 M재의 약 120 MPa에 비해 약 88~158%정도 향상됨을 알 수 있다.

금속이 대기중에 노출되면 산화피막이 형성 되는데 이 상태로 부식액중의 환경에 놓이면 이 불활성 산화피막이 부식의 전기화학적 작용을 억제시키는 역할을 한다. 그러나 여기에 반복 피로하중이 작용하면 이 불활성 산화피막을 파괴시켜 금속면을 부식액에 직접 접촉시키기 때문에 금속의 조직이나 잔류변형의 국부적인 차, 용액의 이온농도 및 용존산소 등의 차이에 의해 국부적인 전위차를 가져와 부식이 생기게 된다. 이때 생긴 부식 생성물도 전기화학적 작용을 멈추게하는 기능을 가지지만 기계적 변형이 이 부식생성물을 고착시키지 않고 부단히 제거하므로 금속면은 계속 부식되어 점식(pitting)이나 균열을 발생시킨다. 이들 균열의 선단이나 점식의 밑부분은 용액중의 산소 농도가 희박하기 때문에 양극적이 되기 쉽다. 그리고 반복응력 중 인장응력은 균열선단에 작용하여 미끄럼을 일으키고 그 미끄럼에 나타난 새로운 금속 부분을 다시 부식 시키며 내부로 진행하다 유효단면적이

그 응력에 견딜 수 없을 때 최후의 파단이 생기는 것이 일반적으로 알려져 있는 부식피로 파괴의 기구이다. (16, 17)

이온질화처리재는 시험편의 표면층에 압축 잔류응력이 발생하고 내식성이 큰 ϵ 조직이 생성되어 비처리재인 M재보다 부식과 균열발생이 지연되기 때문에 피로파괴 수명이 증가

되는 것으로 사료되는데 이온질화처리재 중에서도 N_2 가스량과 이온질화처리시간이 긴 경우가 보다 큰 압축잔류응력과 ϵ 조직이 생성되므로 반복응력 중 균열의 생성과 전파를 일으키는 인장응력을 감소시키고 내식성이 향상되어 부식피로 파괴수명이 증가된다고 생각된다.

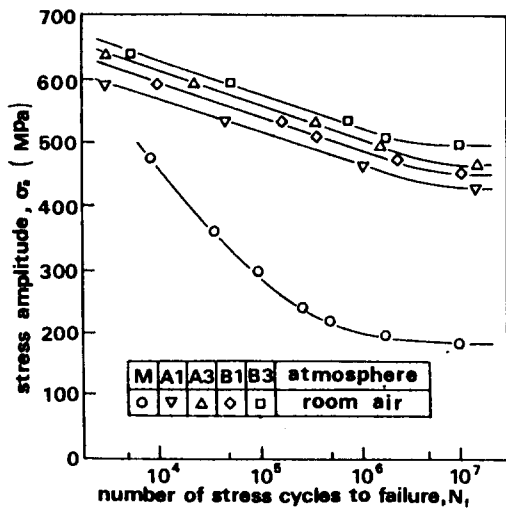


Fig. 7 S-N curves of various ion-nitrided SCM4 steel.

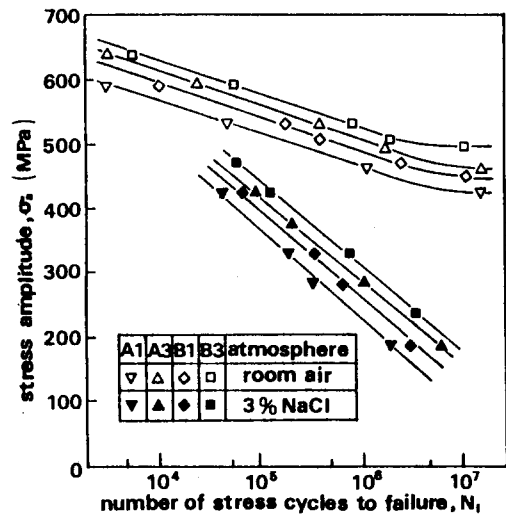


Fig. 9 S-N curves of various ion-nitrided SCM4 steel.

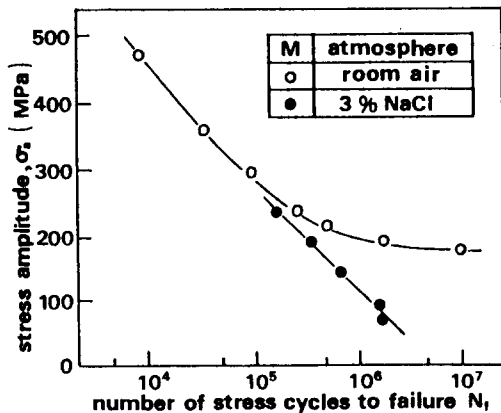


Fig. 8 S-N curves of non-nitrided SCM4 steel.

3-3. 파단면 고찰

공기중에서 피로 파괴된 M재와 B재의 파단면을 Fig. 10에 나타냈다. 이온질화처리재와 무처리재 모두 반복응력의 크기에 관계없이 환상노치 원주상의 표면 여러곳에서 균열이 발생되어 시험편의 내부로 진전되다가 반복응력에 견딜 수 없는 임계단계에 이르렀을 때 급속히 파단된 형태를 나타내고 있다. 일반적으로 비교적 반복응력이 큰 경우에는 표면부에 요철이 크게 나타나는 파단면을 보이고 비교적 낮은 반복응력의 경우는 거의 평탄한

파단면이 발생된다. 그리고 비교적 큰 반복응력하에서 무처리재(M재)는 이온질화처리재(B3재)에 비해 표면부근에서 요철이 큰 파단면을 보이는데 이는 노치부근에 응력집중현상이 일어나기 때문이며 질화처리재의 경우 표면층에 발생하는 높은 압축잔류응력으로 인하여 반복응력 중 균열의 발생과 성장을 일으키는 인장응력을 감소시켜 주는데 그 원인이 있는 것으로 사료된다.

평활한 표면경화재의 경우 비교적 낮은 반복응력하에서는 피로파괴시 경화층 밑의 비금속개재물에 의한 피시아이(fish eye)⁽¹⁸⁾가 균열개시점이 되는데 이온질화처리한 환상노치재에서는 비교적 낮은 반복응력하에서도 피시아이는 발생하지 않고 노치부근의 응력집중현상으로 환상노치표면 여러 곳으로부터의 균열

개시점이 나타났다.

Fig. 11은 3% NaCl 수용액에서 부식피로 파괴된 M재의 노치부 표면 (a)부근의 부식상태와 균열개시점 (b)을 나타내고 Fig. 12는 3% NaCl 수용액에서 부식피로파괴된 B3재의 노치부표면(a)부근의 부식상태와 균열개시점(b)을 보이고 있다. 무처리재인 M재가 이온질화처리재(B3재)보다 비슷한 사이클에서 점식(corrosion pit)이 많이 발생하였으며 노치부에 큰 표면균열이 나타나 있다. 그리고 파단부의 균열개시점도 무처리재인 M재가 B3재보다 더 큰 형태의 점식이 보이고 있다. 이는 이온질화처리재가 표면층에 압축잔류응력이 발생하고 내식성이 큰 ϵ 조직이 생성되는데 그 원인이 있는 것으로 사료된다.

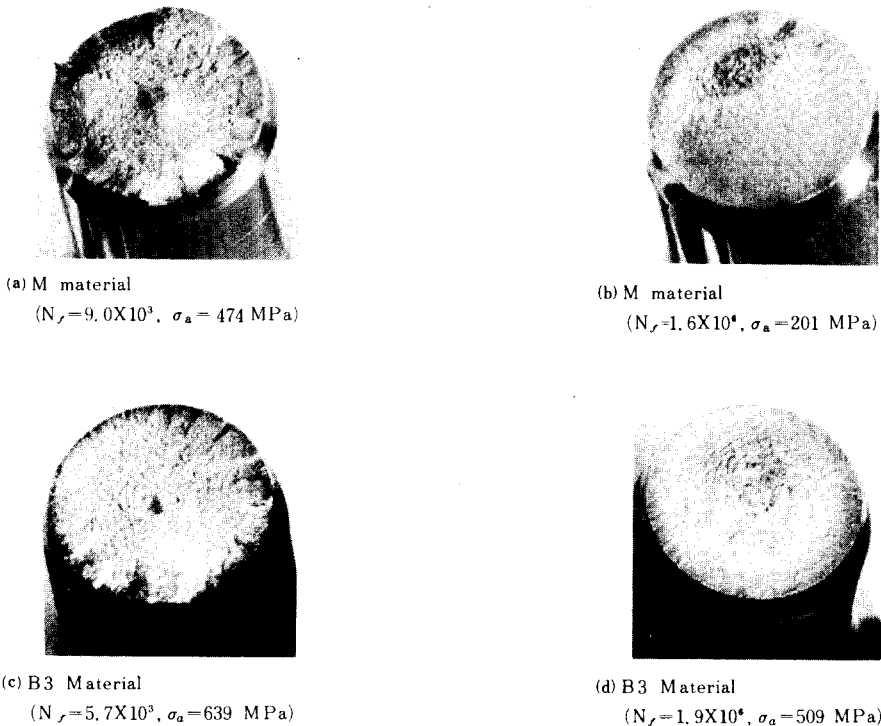
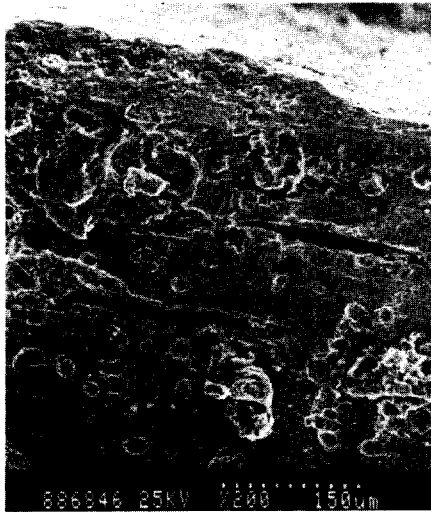
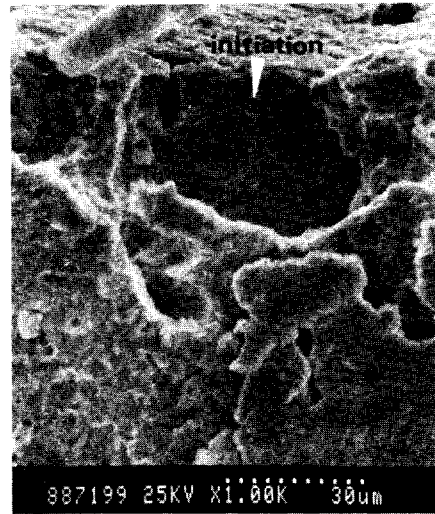


Fig. 10 Optical fractograph of specimens tested in room air.



(a) Surface

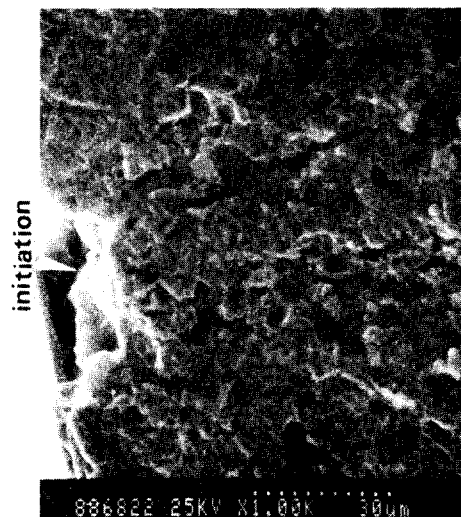


(b) Initiation

Fig. 11 SEM fractograph of M material in 3% NaCl aqueous solution ($N_f=6.6 \times 10^5$, $\sigma_a=142$ MPa).



(a) Surface



(d) Initiation

Fig. 12 SEM fractograph of B3 material in 3% NaCl aqueous solution ($N_f=7.8 \times 10^5$, $\sigma_a=331$ MPa).

4. 결 론

환상노치가 있는 SCM4강에 이온질화처리시 $N_2 : H_2$ 가스조성비와 그 처리시간을 변화시켰을 때 회전굽힘 부식피로 특성에 미치는 영향을 실험을 통하여 고찰한바 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 이온질화처리시 N_2 가스량을 크게하고 처리시간을 길게한 경우가 합성층 및 확산층이 증가되며 경화층의 경도 및 표면층의 압축 잔류응력이 높게 나타났다.
- 2) 피로한도와 부식피로파괴강도는 본 실험조건에서 N_2 가스량과 질화처리시간에 비례하며 B3재, A3재, B1재 및 A1재의 순서로

증가되었다.

- 3) 이온질화처리재가 미처리재에 비해 상온에서 피로한도(10^7 사이클 기준)는 약 140~180%, 부식환경하에서 피로파괴강도(10^6 사이클 기준)는 약 88~158%의 상승효과를 나타낸다.
- 4) 환상노치가 있는 이온질화처리재의 공기중에서의 피로파괴거동은 반복응력의 크기에 관계없이 환상노치부 표면 여러곳으로 부터 균열이 발생 진전되어 파괴되며 표면경화재의 특징인 피시아이는 나타나지 않는다. 그리고 부식환경하에서의 피로파괴 거동은 표면부근의 부식에 의한 점식이 기점이 되어 파괴된다.

參 考 文 獻

- 1) M. R. Achter, 1967, "Effect of Environment on Fatigue Cracks", ASTM STP 415, pp. 181-202.
- 2) M. O. Speidel, 1981, "Influence of Environment on Fracture Advances in Fracture Research, ICF5, Vol. 6, pp. 2685-2704.
- 3) V. Rollins, et al., 1963, "Some Factors Affecting the Initiation and Propagation of Corrosion-Fatigue Cracks in High Carbon Steel", Metallurgia, Vol. 75, No. 450, pp. 147-154.
- 4) R. Ebara, et al., 1978, "Corrosion Fatigue Behavior Fatigue Behavior of 13 Cr Stainless Steel in Sodium-Chloride Aqueous Solution and Steam Environment," Corrosion Fatigue Technology, ASTM STP 642, pp. 155-168.
- 5) T. Okada and S. Hattori, 1985, "Relation Between Concentration of Salt Water and Corrosion Fatigue Strength on 0.37 Percent Carbon Structural Steel", Journal of Engineering Materials and Technology Transaction of the ASME, Vol. 107, pp. 235-239.
- 6) 寺泥正男, 吉岡靖夫, 淺見克梅, 1967, タフトライド處理網の 疲勞破壊に 關する 研究(殘留應力の 舉動に ついて), Vol. 16, No. 171, pp. 991-996.
- 7) 寺泥正男, 吉岡靖夫, 淺見克梅, 1968, タフトライド處理網の 疲勞破壊に 關する 研究(組織および殘留應力の 舉動に ついて), 材料, Vol. 17, No. 183, pp. 1114-1119.
- 8) 寺泥正男, 吉岡靖夫, 淺見克梅, 1968, タフトライド處理網の 疲勞破壊に 關する 研究(切次き 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, 夏井由朗, 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, 剛崎章三, 堀川武, 松田昭三, 草野兵掌, 1972, タフトライド處理鋼の 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) 西島敏, 舟久保照康譯, 1973, "金屬の 破れね 丸善, pp. 291-292.
- 13) D. H. Jack and S. Winnik, 1980, "Effect of Process Variables on the Fatigue Resistance of Nitrided Steel" Heat Treatment 79, The Metal Society, pp. 169-177.
- 14) L. Magnusson, 1973, "Low Cycle Behavior of Case Hardened Steel", Mechanisms of Deformation and Fracture, pp. 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.
- 16) 腐蝕防蝕協會, 1980, "金屬防蝕技術便覽", 日刊工業, 日本, pp. 118.
- 17) M. G. Fontana and N. D. Greene, 1988, "Corrosion Engineering", Mc Graw - Hill, New York, pp. 107-109.
- 18) 禹昶基, 金熙松, 1988, "反復 引張 - 壓縮 荷重을 받는 이온窒化處理한 SM45C의 疲勞破壞舉動에 關한 研究", 韓國精密工學會誌, 第5卷 第3號, pp. 71-80.