

技術解説

眞空을 利用한 熱處理 技術動向

The Tendency of Heat Treatment Technique Using Vacuum

서 영 규

부산진공열처리 대표

1. 머릿말

眞空熱處理技術은 航空産業, 宇宙産業 및 電子産業의 발전에 따라 相關부품의 高精度를 위한 신뢰성 있는 열처리기술로써 급속히 발전되어 왔고 최근에는 公害 및 ENERGY절약등의 次元에서 그 技術이 끊임없이 開發되고 또한 국내에도 널리 보급되어 오는 추세에 있다.

一般的으로 종래까지의 熱處理技術은 溫度-時間의 2次元的인 處理로 이루어져 왔으나 現在는 壓力을 첨가시킨 溫度-時間-壓力의 3次元的인 處理로 變하고 있다. 그 代表的으로 低壓을 利用한 眞空熱處理가 보급되었고 더 나아가 眞空을 利用한 表面硬化法으로 溫度-時間-壓力-電氣의ENERGY의 4次元的인 放電을 利用한 이온窒化法, 이온浸炭法 및 이온 Plating法도 보급되고 있다.

여기에서는 최근 국내에서도 급속도로 보급되고 있는 眞空熱處理의 技術과 특징을 實務次元에서 소개하고 이미 여러차례 소개된 바있는 眞空 및 放電을 利用한 表面硬化法에 대해서는 간략하게 그 原理와 특성에 대해서만 기술하고자 한다.

2. 眞空熱處理

眞空霧圍氣에서 熱處理를 하면 金屬表面의 變質層發生이 없는 우수한 光輝性이 얻어지고 一般 霧圍氣處理에 비해 變形이 적으며 金屬中 不純GAS를 제거할 수 있고 昇溫 및 冷却特性이 좋은 등 여러가지 특징이 있으나 여기서는 光輝性, 變形, 昇溫特性 및 冷却特性에 대해 기술하고자 한다.

2-1. 光輝性

2-1-1 必要한 眞空度

진공열처리를 하면 다소 表面에 녹(Scale)이 있는 鋼에도 깨끗한 表面을 얻을 수 있고 특별한 가스를 사용하지 않아도 光輝열처리가 가능하다. 특히 분위기 가스와 화학반응이 쉬운 金屬의 光輝열처리에는 最適이다. 그러면 진공열처리에 필요한 眞空度는 어느정도가 좋은가? 殘存가스는 어느정도 있는가에 대해 고찰해 보자. 표 1)에 眞空도에 맞는 殘存가스量 또는 露店(Dew point)에 대해 表示되어 있다.

冷却時에 통상 사용되고 있는 純度가 좋은 不活性가스는 대개 0.1%의 반응성 불순물가스를 함유하고 있는 경우가 많다. 不活性가스를 市販하는 그대로 사용하면 不純物가스가 加熱되어 金屬과 反應을 일으키므로 精製할 必要가 있다.

그러나 불순물을 1ppm이하로 精製하는 것은 비용, 순도유지등의 관점에서 무리이다. 표 1에서 1ppm의 불순물가스의 殘存을 허용하게 되면 眞空度는 10^{-3} Torr

표 1. 진공도와 相應殘存가스量 및 露點

眞空度 (Torr)	100	10	1	10^{-1}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}	10^{-5}
相應不純物量 (%)	13.4	1.34	0.134	0.0134				
相應不純物量 (ppm)					13.4	1.34	0.134	0.0134
相應露點 (°C)		+11	-18	-40	-59	-74	-88	-101

정도면 양호한 것을 알 수 있다. 근래의 眞空장치는 10^{-3} Torr의 眞空도는 비교적 용이하게 얻어질 수 있다.

無酸化加熱 霧圍氣爐에서는 그 露點은 기껏해야 $-30^{\circ}\text{C} \sim -40^{\circ}\text{C}$ 정도라 할 수 있다. 이 露點에 대한 眞空도는 10^{-1} Torr정도의 값으로 眞空爐에서는 아주 쉽게 얻을 수 있는 값이다. 그러므로 眞空을 사용하는 쪽이 잘 精製된 不活性 霧圍氣가스를 분위기로 이용하는 편보다 아주 쉽고, COST절감, 脫炭 및 浸炭이 없는 光輝面을 얻을 수 있다. 공업적으로 이용되고 있는 眞空도는 1 기압에서 10^{-6} Torr까지로써 眞空도와 露點의 관계에서 보면 일반 열처리에서 사용하는 10^{-3} Torr 정도의 眞空도면 충분함을 알 수 있다.

2-1-2 眞空熱處理에 의한 光輝度측정²⁾

表面狀態의 관정에 表面의 反射率값으로 나타내는 光輝度는 다소 제품表面의 색깔, 平滑度등에 따라 달라질 수 있으나 JIS Z 8741에 따른 光輝度(光澤)를 反射率로 측정하여 各재료의 眞空熱處理 前后的 光輝도를 표 2에 나타내었다. 물론 열처리전의 시료의 상태는 鏡面상태로 언마한 表面으로 기준한 것이다.

이와같이 眞空熱處理의 光輝度특징은 열처리전 시료상태에 가까운 정도의 光輝性を 유지하고 있음을 알 수 있다.

단지 高速度工具鋼의 경우 加熱溫度가 높기 때문에 高溫加熱中에 表面全體에 옅은 회색막이 생성되고 경우에 따라 炭化物이 부착되기도 한다. 자료에는 나타나 있지 않으나 SKD-11 鋼種도 高 Cr鋼으로 SKD-61보다 우수한 光輝性を 가지고 있다.

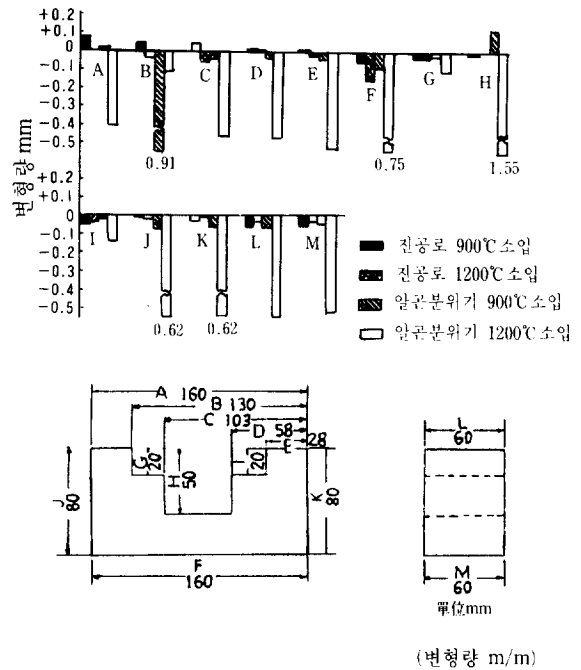
표 2. 眞空열처리 전후의 表面光輝度(反射率)비교

재료	眞空열처리조건	光輝度(反射率)		%
		열처리전	열처리후	
SCM 4	850°C×30분 유냉	208.0	178.7	85.9
SKD 61	1030°C×10분 가스냉	209.2	177.0	84.6
SKH 9	1220°C×10분 유냉	197.0	120.0	60.9
	1220°C×10분 가스냉	213.7	135.3	63.3
SUS 430	850°C×30분 가스냉	204.0	194.7	95.5

2-2 熱處理 變形

眞空熱處理에 있어서의 變形은 종래 열처리품의 1/3 ~ 1/5로서 아주 적다. 이것은 加熱이 放射加熱方式으로 均一하고 비교적 완만한 加熱이 이루어지기 때문이다. 그러나 放射加熱의 경우에도 處理物의 장입방법 및 形狀에 따라서는 局部加熱이 발생될 수도 있으므로 變形이 오히려 주의를 요한다.

그림 1은³⁾ 열간공구강을 眞空爐와 알곤분위기로에서 각각 1050°C에서 소입했을때의 變形量을 비교한 것으로



부위	A (160)	B (130)	C (103)	D (58)	E (28)	F (160)	G (20)
진공로소입	-0.01	-0.04	-0.05	-0.03	-0.04	-0.15	-0.03
분위기소입	-0.4	-0.1	-0.45	-0.45	-0.5	-0.75	-0.12

부위	H (50)	I (20)	J (80)	K (80)	L (60)	M (60)
진공로소입	-0.2	-0.04	-0.02	-0.03	-0.05	-0.03
분위기소입	-1.55	-0.15	-0.62	-0.62	-0.6	-0.55

()는시료의 치수

그림 1. 분위기로와 진공로의 변형량 비교.

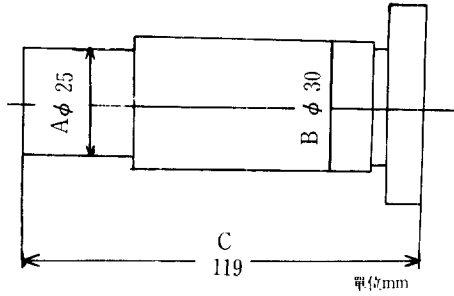


그림 2. SKD 11 PUNCH형상

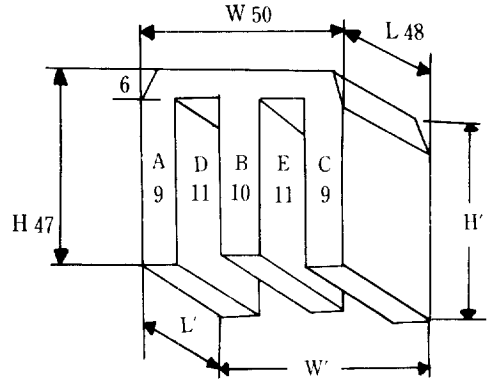


그림 3. 試料形狀 SKD-11

표 3. SKD-11 punch의 열처리 변형

열처리 조건 (진공가스소입로)							
처리후 표면경도	Hv 780~860						
평균변형량	<table border="1"> <tr> <td>A</td> <td>-6.5 μm</td> </tr> <tr> <td>B</td> <td>-7.9 μm</td> </tr> <tr> <td>C</td> <td>+71.1 μm</td> </tr> </table>	A	-6.5 μm	B	-7.9 μm	C	+71.1 μm
A	-6.5 μm						
B	-7.9 μm						
C	+71.1 μm						

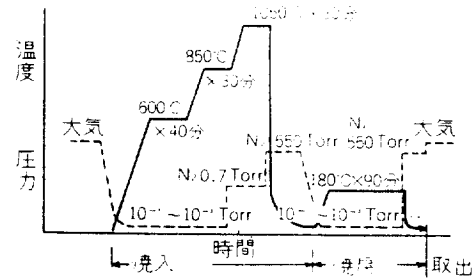


그림 4. 열처리 Cycle(냉각은 N₂ 가스냉각)

동일온도에서는 眞空熱處理쪽이 변형이 훨씬 적음을 알 수 있다.

그림 2와 표 3은 SKD-11 PUNCH의 形狀과 眞空가스 소입시의 변형量으로써 眞空變形은 壓延方向으로는 팽창하고 압연방향에 직각인 즉 直徑방향은 통상 수축됨을 알 수 있다. 그리고 고온으로 가열된 제품이 가열실에서 냉각실로 이동되는 2室形眞空爐보다 정지상태에서 가열과 냉각이 이루어지는 1室形眞空爐가 변형이 적은 편이다.

2-2-2 眞空가스 燒入에 따른 변형測定

眞空가스 소입로(1室形)를 이용³⁾, 그림 3과 같은 SKD 11 PUNCH를 眞空가스 燒入하여 그 변형量을 측정하였다. 이와같은 加工度가 높은 形狀의 것은 燒入變形外에 加工應力에 따른 변형도 있기 때문에 다음 2종류의 공정으로 가공된 시료를 이용하였다.

- 1) 試料A;재료절단→황삭가공→정삭가공
- 2) 試料B;재료절단→소둔(850°C×30分후 爐冷)→황삭가공→소둔→정삭가공

표 4. 시료 A, B의 열처리후 변형량

시료 \ 부위	A	B	C	D	E
시료A	+0.02 +0.03	-0.01 -0.02	0 -0.02	-0.05 -0.07	0
시료B	0 +0.01	0 +0.01	0 +0.01	0	+0.01 +0.02

단위 (m/m)

시료 \ 부위	W	W'	L	L'	H	H'
시료A	-0.05	-0.08	+0.01	-0.01	-0.04	-0.05
시료B	+0.02	+0.04	-0.02	-0.02	-0.02	-0.02

이와같은 시료를 그림 4와 같은 Heat-Cycle로 眞空가스 燒入및 燒戻를 실시한 후 시료의 변형量을 표 4에 나타내었다.

가공응력이 있는 A시료는 변형편차도 크고 응력제거

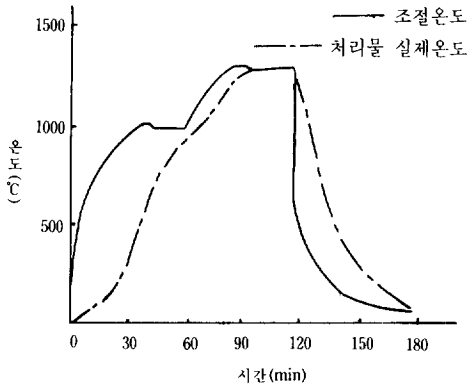
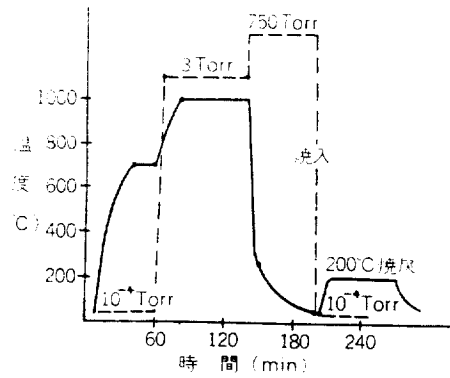


그림 5. 진공열처리 가열 냉각곡선(100 KG 장입)



처리물 형상 : 6 ϕ × 122 mm봉
장입장 : 51 kg(1300 개)

그림 7. SUS 420 J 2의 열처리 Cycle

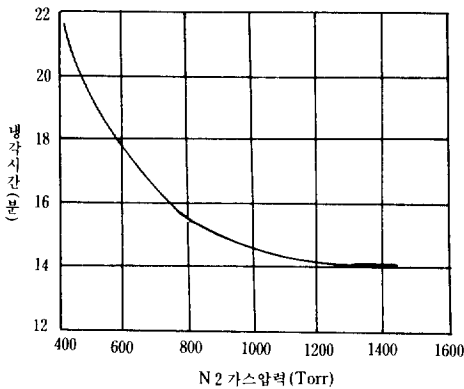


그림 6. 냉각가스와 도입가스 압력의 관계(냉각시간 : 1000°C → 500°C 까지의 시간)

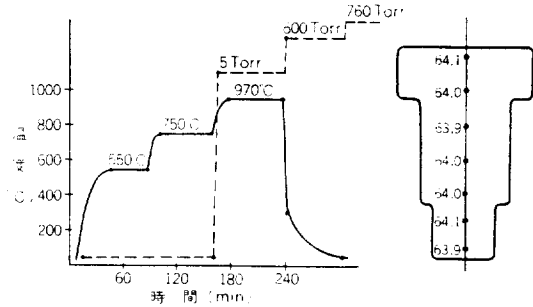


그림 8. SKD-11 진공열처리 Cycle 및 내부경도분포

(소둔)한 시료 B보다 變形量도 큰 것을 알 수 있다. 또 시료 A는 홈의 입구부분이 축소된 반면 시료 B는 형상 변형이 거의 없었다. SKD-11과 같은 鋼種은 殘留 AUSTENITE가 많기 때문에 한쪽으로는 팽창되고 다른쪽으로는 수축변형이 되는 것으로 여겨진다.

이상과 같이 眞空熱處理에서는 일반 분위기 열처리에 비해 變形이 훨씬 적은것은 사실이나 加工도가 높은 것에 대해서는 燒入에 의한 變形과 동시 加工應力에 의한 變形도 충분히 주의를 해야한다.

2-3 昇溫特性

眞空爐는 다른爐에 비해 爐體의 蓄熱量, 擴散熱량이 적어 승온속도가 아주 빠르다. 그림 5에 眞空熱處理爐를 이용하여 100 kg장입시의 1300°C까지의 가열냉각곡선을 나타내었다.

低溫구역에서의 處理物과 분위기(계기상)의 온도차 및 시간에 대해 고찰해 보면 眞空중 加熱에 있어서는 放射로 인한 問題가 있다. 放射熱量은 絶對溫度的 4乘에 비례하기 때문에 고온에서는 對流보다도 放射에 의한 쪽이 熱量이 훨씬 떨어진다. 그러므로 고온구역에서는 處理物과 분위기와의 온도차가 별로 없지만 저온에서는 放射熱량이 적으므로 실제온도 差는 크다. 그러므로 1300°C이하 온도에서의 豫熱의 필요성이 그림 5에 잘 나타나 있다. 또한 發熱體에 접해 있는 쪽의 處理物은 溫度가 빨리 올라가나 그 반대쪽에 있는 處理物은 승온이 늦기 때문에 加熱不足現象이 나타나기 때문에 處理物크기에 따라 適當한 Holding Time을 선정할 필요가 있다.

2-4 冷却特性

그림 6에 眞空가스 冷却時에 있어서의 N₂가스 도입 압력에 의한 冷却效果를 표시하였다. N₂도입압력(도입

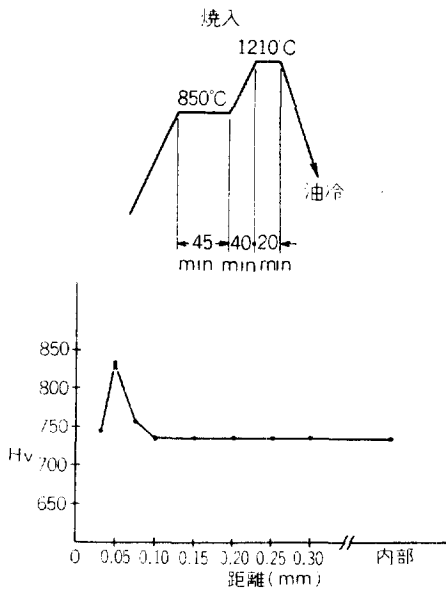


그림 9. SKH-9의 진공열처리 Cycle 및 내부경도분포

가스량)을 1000 Torr이상 도입하여도 冷却時間은 그다지 변화없이 일정하게 되어 냉각시간 단축은 기대하기 어렵다. 760 Torr이상이 되면 진공용기등의 内壓에 문제가 있고 가스 소비량도 커지므로 일반적으로 로내온도에 의한 N₂가스 팽창 壓力分을 고려하여 600~700 Torr의 N₂도입압력이 사용된다.

냉각가스 매체로서의 가스는 H₂, He, N₂, Ar등의 냉각속도 順으로 H₂의 냉각속도를 1로 보았을때 He은 1.2, N₂는 1.5, Ar은 1.75로써 H₂는 가장 빠른 냉각속도를 가진 반면 폭발의 위험이 있고 다른 He, Ar등은 高價로서 통상 N₂가 사용되고 있는 것이다. 그러므로 질소가스를 사용한 眞空冷却의 경우가 다른 方法에 비해 냉각속도가 빠르다.

그림 7, 그림 8, 그림 9에 각각 SUS 420 J 2, SKD-11, SKH-9의 眞空가스(N₂)燒入時의 條件과 結果를 나타내어 주고 있다. 그러나 고속도공구강의 진공소입의 경우 가스소입時보다도 더 만족한 경도를 얻기위해 眞空加熱后 油冷하는 경우 제품표면에 燒入油중의 탄소와 반응하여 순간적으로 浸炭되어 白層이 생기는 경우가 있다. 이것은 고속도공구강을 1100°C이상에서 眞空油燒入時 表面에 있어서의 탄소농도가 내부보다도 높게 되는 현상에 의해 발생되게 된다. 따라서 이것을 방지하기 위해서는 가스-油冷 겸용 진공로일 경우 1100°C

까지는 가스冷却, 그 이하에서는 油冷해 주면 白層을 방지할 수가 있다.

3. 眞空 및 放電을 이용한 表面硬化法

3-1 이온 窒化法(Ion Nitriding)⁴⁾

3-1-1 原理

窒化장치는 眞空爐, 眞空PUMP, 電氣Unit 및 GAS供給系로 구성되어 減壓된 眞空爐중에 被處理物을 陰極, 眞空爐體를 陽極으로 하여 爐內를 N₂또는 NH₃등 低壓의 가스 분위기(0.5~10 Torr)로 하고 이것에 直流 300~1000 V의 전압을 通電시켜 被處理物 表面에 Glow 放電(Glow Discharge)을 發生시킨다. 분위기 가스중의 N₂는 Glow放電에 의해 ion化되고 높은 運動ENERGY를 가진 加速化된 陽이온(N⁺)으로 되어 음극쪽으로 이동하여 被處理物 表面에 충돌한다. ion이 충돌된 運動ENERGY는 熱ENERGY로 變化되어 被處理物을 가열한다. 따라서 이온變化는 종래의 變化處理와 같이 加熱 장치 및 保溫設備가 필요없다. 한편 충돌의 反作用에 의해 被處理物 表面에서 原子 및 電子가 튀어나와 爐內는 N₂분위기 또는 Plasma중에서 電子에 의해 分子狀의 N₂에서 生成된 原子狀의 N와 Sputtering에 의해 튀어나온 Fe原子와 결합, 窒化鐵(Fe₄N, Fe₃₋₂N)을 形成한다. 이 窒化鐵이 이온충격과 高溫상태에서 증발된 N에 의해 鋼이 内部에 擴散, 變化가 進行된다. 또 陰極에서 擴散된 Fe原子는 유력한 N의 Carrier가 되고 H⁺이온은 被處理物의 表面에 충돌, 가열됨과 동시 재료중의 酸化物을 還元, 表面Scale을 除去하여 活性化된 表面을 形成, N의 擴散에 크게 기여한다.

3-1-2 이온窒화의 특징

1) 無公害

이온窒화는 종래의 NH₃가스 및 시안을 사용한 鹽液窒화와 달리 公害의 대상이 되는 物質을 사용치 않으므로 전혀 無公害 處理法이다.

2) 窒化速度가 빠르다.

가스窒화와 比較 550°C로 0.4 mm의 窒化層을 얻는데 가스窒화는 20 시간, 이온窒화는 약 8 시간으로 2배정도 빠르다.

3) 化合物層의 造成調整이 可能

N₂ 및 H₂가스량을 조절, 化合物층을 γ'相(Fe₄N) 혹은 ε相(Fe₂₋₃N)으로 조절이 가능하여 용도에 맞는 化

合物層 조성조정이 가능하다.

4) 窒化層의 均一性

가스窒化는 NH_3 가스 분해율의 차에 따라 大型 被處理物의 窒化는 窒化層의 不均一性이 나타났으나 이온窒化는 被處理物 全面에 均一한 Glow放電 및 Sputtering 작용에 의해 均일한 질화층을 얻는다.

3-2 이온浸炭法(Ion Carburizing)⁵⁾

3-2-1 이온浸炭法の 原理

이온 浸炭法은 處理品을 眞空爐에 장입, 炭化水素系 가스의 감압분위기중에서 加熱에 의해 陰極處理品과 電極間에 直流電壓이 加해져 Glow放電을 일으켜 Plasma를 發生시킨다. 霧圍氣중의 C는 Glow放電에 따라 이온化, 높은 運動ENERGY를 가진 陽이온(C^+)으로 되고 處理物표면에 충돌하여 浸炭이 되는 것이다. 일반적으로 浸炭處理는 活性化된 C를 철강표면 및 반응에 의해 내부로 擴散시키는 방법이다. 이온浸炭은 가스浸炭 및 眞空浸炭의 $2\text{CO} \rightarrow (\text{C}) + \text{CO}_2$ 같은 CO가스의 열분해반응을 이용하는 것이 아니라 Glow放電 Plasma를 작용시켜 높은 Energy를 가진 C이온을 處理物표면에 충돌시켜 표면의 淸淨化와 동시에 浸炭을 시키는 방법이다.

3-2-2 이온浸炭法の 특징

1) 炭素의 공급속도가 빠르다.

眞空가열에 의해 표면이 活性化된 처리물에 높은 운동ENERGY를 가진 C이온이 충돌되므로 浸炭時間이 종래의 가스法보다 약 50% 단축이 가능하다.

2) 浸炭層의 제어가 용이하다.

침탄깊이를 결정하는 因子는 온도, 시간, 분위기가스의 탄소농도이나 종래법은 분위기가스의 선정 및 Carbon Potential Control이 복잡하였으나 이온침탄법은 放電電流密度의 증가에 따라 침탄깊이 및 탄소농도가 증가되므로 전류밀도를 조절 용이하게 Control할 수 있다.

3) 表面의 淸淨化 및 變性爐가 필요없다.

眞空중에서 가열하므로 처리물 표면의 산화물을 제거, 脫가스가 이루어져 처리물표면이 깨끗하고 이온침탄에서는 生가스를 직접 爐內에 도입시키므로 變性爐가 필요없다.

3-3 眞空浸炭法

3-3-1 原理

진공침탄로는 진공로, 本體GAS공급장치 및 제어반으

로 되어 있으며 爐本體는 종래의 油燒入眞空熱處理爐 그대로이고 가스 공급장치와 침탄제어용 장치가 부착되어 있는점이 다르다. 原理는 爐內에 도입된 CH_4 가스가 분해 $\text{CH}_4 \rightarrow (\text{C}) + 2\text{H}_2$ 로 되어 직접 C가 진공가열중에 活性化된 표면에 접촉 침탄이 진행된다.

일반적으로 가스침탄에는 CO, CO_2 혼합가스중에서 처리함에 비해 진공침탄의 경우는 거의 O_2 의 존재가 없는 분위기로써 浸炭—擴散공정이 반복된다. 침탄이 완료되면 N_2 가스를 도입시켜 냉각실에서 $550 \sim 600^\circ\text{C}$ 까지 냉각 후 재소입온도에 가열하여 결정립의 微細化를 꾀하고 그 후 소입온도에 유지시켜 油燒入을 한다.

3-3-2 眞空浸炭法の 특징

1) 침탄시간의 단축

고온침탄이 가능하므로 침탄시간을 현저히 단축시킨다. 특히 침탄층이 3mm 이상의 것이나 浸炭이 곤란한 Stainless鋼, 鈾鋼등에도 좋은 효과가 있다.

2) 無公害 작업환경이 양호

大氣를 오염하는 가스가 전혀 방출이 안되므로 無公害이며 진공로 자체는 전체에 걸쳐 水冷시켜주므로 爐壁은 20°C 전후로 유지되어 열의 방출도 없다.

3) 變性爐의 불필요 및 침탄층의 均一性

종래와 같은 가스발생장치용 변성로를 필요로 하지 않고 직접 天然가스를 사용한다. 또한 침탄전에 진공중에서 가열되므로 표면이 깨끗하고 均一하다.

4) 浸炭농도 control이 정확하다.

과잉침탄은 없으며 침탄농도의 설정용제어장치에 의해 침탄처리의 各因子가 정확히 control된다.

3-4 이온 Plating法

이온Plating法은 1963년 미국의 D.M. Mattox에 의해 제창된 방법으로 10^{-2} Torr 정도의 저진공 不活性가스 분위기 중에서 被蒸着物을 Cathod(-)로 하여 Glow放電을 발생시켜 蒸發物質은 이 Glow放電중을 통과하여 이온化되고 더욱 加速되어 被蒸着物表面에 퇴적시키는 것이다. 동시에 이온화된 不活性가스粒자에 피복착물표면의 Sputtering Cleaning이 이루어져 항상 깨끗한 표면 Coating이 된다. 이온Plating의 특징은 i) 表面피복층과 母材와의 密着性이 아주 우수함. ii) 피복층이 치밀하여 결함이 적은 피복층을 얻음. iii) 복잡한 형상도 均일한 피복층을 형성함등의 특징이 있다. 이온Plating의 응용으로 최근 많이 實用化된 ARE法(活性化反應蒸着法; Activated Reactive Evaporation)으로 TiC를 비롯

한 천이금속의 탄화물, 질화물, 산화물의 증착이 많이 이용되고 있다.

4. 맺는말

이상에서 최근 국내에도 많이 보급되고 있는 眞空熱處理爐의 특성과 열처리기술에 대해서 개략의 說明과 實例를 소개하고 眞空 및 放電을 이용한 表面硬化法도 간단히 그 原理와 특성을 기술해 보았다.

어느것이나 종래의 열처리 기술과는 그 原理와 設備가 크게 개발되어 高精密時代에 맞는 品質高級化를 꾀하고 있다.

眞空雰圍氣에서의 熱處理設備도 점차 그 技術이 보완되어 공급되고 있고 表面硬化法도 종래의 固體浸炭→가

스浸炭→眞空浸炭으로, 鹽浴變化→Turfftride軟窒化→GAS窒化→이온窒化로 眞空과 放電을 이용한 新技術이 급속히 보급되고 있어 세계적으로 問題化되고 있는 無公害와 ENERGY절약 차원에서도 이러한 기술이 널리 개발, 보급되어질 전망이다.

참고문헌

- 1) 山中久彦:工業技術 Library, 36(1973.3)
- 2) 藤野良治:熱處理, 15, 5(1975.10)
- 3) 松岡盛敬·武田正夫:島律評論 Vol 33, No. 1, 2(1976)
- 4) 山中久彦:「Ion 窒化法」(1976) 日刊工業新聞
- 5) Klöckner Ionon社 技術資料