
 論 文

大韓造船學會誌
 第27卷 第2號 1990年 6月
 Journal of the Society of
 Naval Architects of Korea
 Vol. 27, No. 2, June 1990

이온질화 처리한 SM45C의 피로파괴거동에 관한 실험적 연구

김상철*, 우창기**, 강동명***

An Experimental Study on the Fatigue Fracture Behavior of Ion-Nitrided SM45C

by

Sang Chul Kim*, Chang Gi Woo** and Dong Myeong Kang***

요 약

본 연구에서는 이온질화처리한 SM45C강의 피로파괴거동, 피로크랙진전거동 및 부식피로파괴거동에 관한 $N_2 : H_2$ 가스조성비와 이온질화처리시간에 대한 효과를 조사하였다.

실험에 사용된 모든종류의 시험편의 피로한도와 부식피로강도는 N_2 가스와 처리시간에 비례하여 증가하였다.

무처리 시험편에 비해 이온질화처리시험편은 피로한도 및 부식피로강도가 10^7 사이클의 공기중에서 24~29%증가하였고, 10^6 사이클의 3% NaCl 수용액 중에서는 32~48%증가하였다.

반복압축-인장하중을 받는 SM45C강은 이온질화처리시험편이 무처리시험편에 비해 피로한도 및 부식피로강도가 10^6 사이클의 공기중에서 24~29%증가하였고, 3% NaCl 수용액중과 수도물중에서 32~48%의 증가를 보였다.

이온질화처리한 SM45C강은 무처리시험편에 비해 낮은범위의 $4K$ 영역에서는 균열진전속도가 느리고, 높은 $4K$ 영역에서는 빨라졌다.

Abstract

In this study, the effects of gas ratio ($N_2 : H_2$) and treatment time on the fatigue fracture behavior, fatigue crack growth behavior and corrosion fatigue fracture behavior for the ion-nitrided SM45C steel were investigated.

The results show that the fatigue limit and corrosion fatigue strength increased in porportion to N_2 gas and treatment time for all kinds of specimen, used in the experiment.

Compare to the non-nitrided specimen, the fatigue limit and the corrosion fatigue strength increased about 24~29% at 10^7 cycles in air and 32~48% at 10^6 cycles in 3% NaCl aqueous solution, respectively.

Similar results were derived with SM45C steel under Compression-Tension 24~29% at 10^6 cycles in air and 32~48% either in 3% NaCl aqueous solution or in tap water, respectively.

접수일자 : 1989년 10월 13일, 재접수일자 : 1990년 3월 19일

* 경희원, 인하대학교

** 인천대학교

*** 인하대학교 대학원

Ion-nitrided SM45C steel showed a slow fatigue crack growth rate at relatively low range of ΔK compared to the non-nitrided specimen. To the contrary, its rate increased at higher range of ΔK .

1. 서 론

금속의 표면은 환경중에 노출되면 내부에 비해서 불안정하고 주위의 분위기 물질의 흡착에 의해서 표면에 너지가 저하하며 형성변화를 일으킨다. 따라서 응력집중현상이 일어나고 내부보다 표면에서 발생 응력이 높아진다. 그리고 그 재료의 항복점 이하의 작은 응력하에서도 반복되는 하중이 걸리면 표면에 미소 미끄럼(slip)[1]이 발생하여 돌출된 요철을 형성하고 그것을 기점(initiation)으로 피로균열이 발생하여 그 후의 반복응력으로 균열은 성장 진전하며 최종 파단 된다. 따라서 내피로성을 향상시키기 위해서는 여러 종류의 표면경화법이 실용화되고 있다. 질화법[2~5]은 표면경화법중의 하나로 질화처리재는 내피로성[6~10] 외에도 내마모성[11~13], 내식성[14~15] 등이 우수하여 상대운동이 요구되는 부품으로 널리 이용되고 있다.

본 논문에서는 기계용 부품소재로 많이 사용되는 SM45C에 대하여 이온질화처리시 $N_2 : H_2$ 가스조성비 변화에 따른 효과가 반복 인장-압축하중을 받는 공기중 피로파괴거동, 부식피로 파괴거동 및 균일진전거동에 미치는 영향을 고찰하였다.

2. 실험장치 및 실험방법

2-1. 실험재료 및 시험편

본 실험에 사용된 재료는 산업현장에서 널리 사용되는 SM45C로 재료의 화학적 성분은 Table 1과 같다. 시험편 표면의 잔류응력측정 및 X선회절 분석용 시험편은 Fig. 1의 (a)와 같고, 반복 인장-압축하중을 받는 피로시험편규격은 Fig. 1의 (b)와 같다. 그리고 CT 시험편은 T-L방향으로 채취하여 열처리후 Fig. 1의 (c)와 같이 제작하였고 노치선단은 wire cutting machine에서 straight thru형으로 가공하였다.

이온질화처리에는 NIPPON DENSHI KOGYO CO.의 JIN ISS 모델을 이용하였으며 이온질화처리 조건은 노

Table 1 Chemical composition of SM45C(wt. %)

C	Si	Mn	P	S
0.445	0.207	0.0674	0.04	0.016

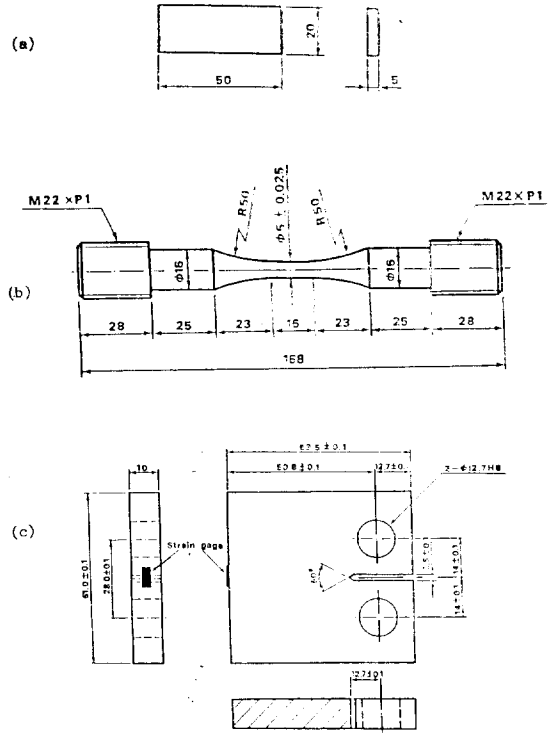


Fig. 1 Configurations of test specimens(unit; mm)

Table 2 Mechanical properties of the test specimens

Properties Symbol	Yield strength (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction of area (%)
M	647	853	18.5	40.2
A	696	902	7.8	13.1
B	726	912	6.9	11.3

M(Non nitrided), A($N_2 : H_2=50 : 50$),
B($N_2 : H_2=80 : 20$)

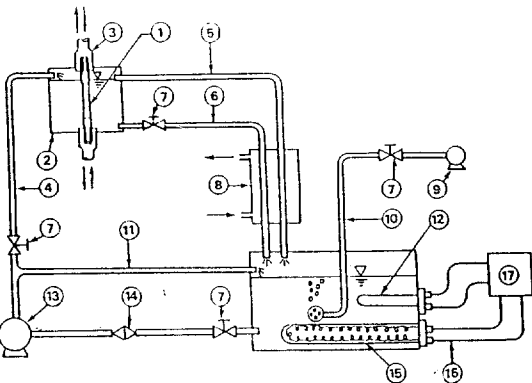
내압력 5Torr, 질화온도 500°C에서 $N_2 : H_2$ 가스조성비를 각각 80 : 20, 50 : 50으로 변화시켰으며 질화시간을 3시간으로 유지시킨 후 노에서 급히 꺼내 수중에서 냉각시켰다. 모재(이하 M재라 부른다)와 가스조성비 $N_2 : H_2$ 가 50 : 50인 이온질화처리재(이하 A재라 부른다) 및 80 : 20인 이온질화처리재(이하 B재라 부른다)의 기계적 성질은 Table 2와 같다. 여기서 인장시험에 사용한 시험편 규격은 지름 5mm, 표점거리 16mm인 반복 인장-압축피로시험편 규격과 동일하다.

2-2. 실험장치 및 실험방법

피로시험은 서보유압피로시험기(SAGINOMIYA CO., 10ton, JAPAN)을 사용하였으며 정현파형으로 응력비 $R = -0.5$ 이고, 주파수는 30Hz로 하였고 피로한도는 10^6 사이클대에서 구하였다.

Fig. 2는 부식피로 시험 및 부식환경하의 균열진전 시험장치의 개요도이다. 부식액은 두 종류로 수도물(tap water)과 증류수에 NaCl을 첨가한 3%농도의 NaCl 수용액으로 하였고, 공기펌프(air pump)를 이용하여 산소를 포화시켜 용존산소량을 $7.0 \sim 7.5$ ppm으로 유지하였으며, 부식액의 온도는 자동온도 조절장치와 냉각기에 의해 $25 \pm 1^\circ\text{C}$ 로 제어 시켰다. 그리고 부식액의 공급방식은 시험편에 용량 1,200ml의 개폐식 챔버(chamber)를 부착하여 완전히 침적시킨 상태로 순환 펌프(circulate pump)와 유량조절밸브를 사용하여 1,000 ml/min로 일정하게 공급하였다. pH는 수질측정기(Water Quality Checker: WQC-2A)를 이용 수시로 측정하여 7.0 ± 0.5 의 상태를 유지하도록 하였다.

피로 진전거동에 관한 실험은 ASTM E647[16] 규정에 따라 피로시험을 하였다. 예균열(pre crack)의 길이는 실온의 대기중에서 시험편 두께의 10% 이상이 되게 하였고 피로균열진전속도의 시험은 20Hz의 주파수에서 최대하중 8.82KN, 최소하중 2.94KN인 응력비



- 1. Specimen
- 2. Chamber
- 3. Connecting rod
- 4. Inlet pipe
- 5. Overflow pipe
- 6. Outlet pipe
- 7. Control valve
- 8. Cooler
- 9. Air pump
- 10. Air pipe
- 11. Return pipe
- 12. Thermocouple
- 13. Circulate pump
- 14. Filter
- 15. Heater
- 16. Lead wire
- 17. Heat control box

Fig. 2 Schematic diagram of corrosion fatigue apparatus in alternating push-pull test

$R = 0.33$ 의 정현파형(sine wave)으로 하였다. 실험환경은 반복 인장-압축피로시험과 동일하고, 부식환경하에서는 균열길이의 실측이 곤란하므로 본 실험에서는 배면 스트레인(back face strain; BFS)법[17]을 이용하였다. Fig. 1의 (c)에서 보는 바와 같이 게이지 길이(gage length)가 2mm인 스트레인 게이지를 CT시험편 뒷면 중앙부분에 접착시킨 후 부식액중에서 절연시키기 위해 게이지 코팅재로 충분히 방수처리를 실시한 후 실험을 하였다.

시험편 단면의 경도는 Vickers microhardness tester를 사용하였으며, 측정값은 동일시험편 3개를 각각 임의의 세방향에서 측정하여 평균하였다. 잔류응력측정은 X선법으로 특성 X선은 Co-K α 선을 이용하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3-1. 이온질화처리재의 경도, 잔류응력 및 조직

이온질화처리시 $N_2 : H_2$ 가스조성비의 변화에 따른 경도분포는 Fig. 3과 같다. B재의 표면부근의 경도(Hv 420)가 A재의 표면부근의 경도(Hv 380)보다 높았으며 이온질화처리재가 수냉효과에 의해 시험편의 중심부에서도 M재의 경도(Hv 200)보다 전반적으로 약간 높은 경향을 보였다.

이온질화처리된 시험편의 질화물층을 X선 회절법으로 분석하면 Fig. 4와 같은 X선회절 강도곡선을 얻는데 주로 $\epsilon(Fe_{2-3}N)$, $\gamma'(Fe_4N)$ 및 $\alpha-Fe$ 의 세 조직으로 되어 있는 것을 알 수 있다.

표면층에서는 가스 조성비중 N_2 의 양이 많은 B재가 A재보다 ϵ 및 γ' 조직이 더 많이 나타났고 $\alpha-Fe$ 는 적게 검출되었다. 그리고 표면층으로 부터 $30\mu\text{m}$ 를 제거

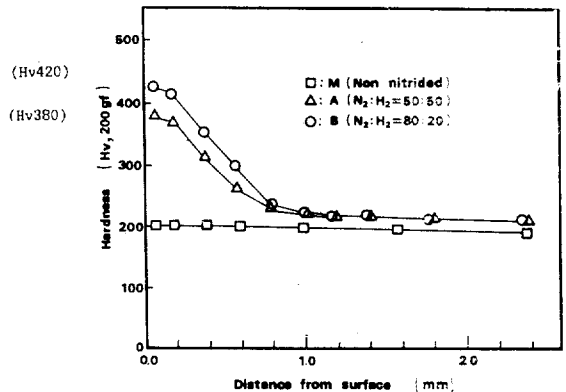


Fig. 3 Microhardness distributions of ion-nitrided specimens

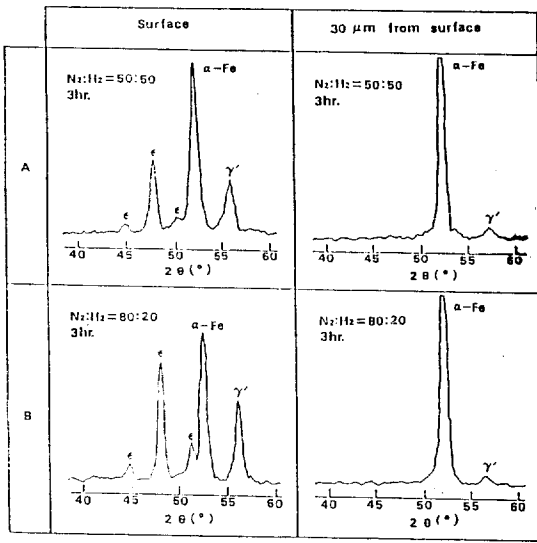


Fig. 4 X-ray diffraction intensity curves of ion-nitrided specimens

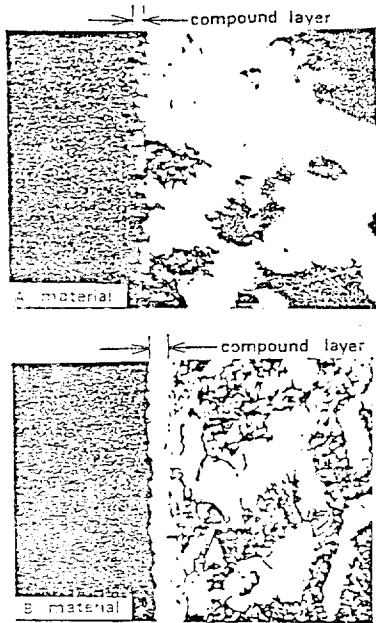
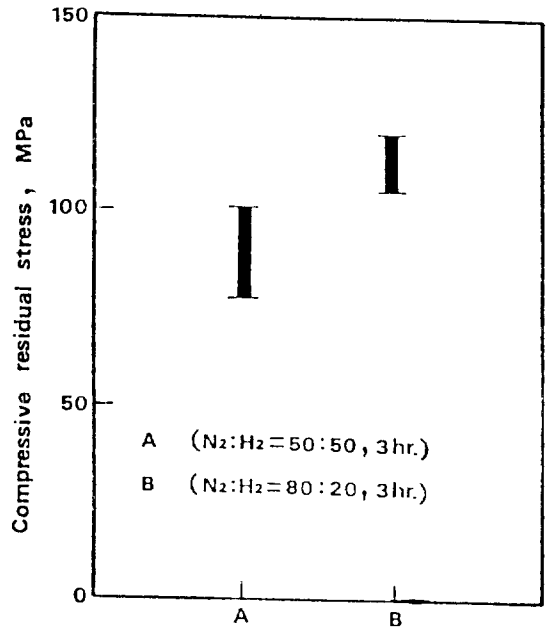


Fig. 5 Microstructure of ion-nitrided SM45C (×400)

시킨 층에서는 A와 B재 모두 ϵ 조직은 존재하지 않고 소량의 γ' 와 표면층보다 더 많은 α -Fe조직이 나타났다.

Fig. 5는 질화물층의 조직사진이다. 회계 보이는 부분이 합성층(compound layer)이다. Fig. 6은 잔류응력 측정값을 나타낸다. 측정값은 다소 폭이 나타나지만



Materials

Fig. 6 Residual stresses at the surface of ion-nitrided specimens

A재의 잔류응력은 약 -84.3MPa, B재는 약 -111.8 MPa으로 N_2 가스량이 많은 쪽이 약 33%정도 더 크다.

3-2. 공기중 피로시험 및 부식피로실험

Fig. 7은 이온질화처리재와 무처리재의 S-N곡선을 표시한다. 그림에서 종축의 응력진폭은 $\sigma_a = 4\sigma/2$ 이다. 공기중의 10^6 사이클 수명에서의 응력은 A재인 경우 411.9MPa이고, B재는 431.5MPa으로 M재의 333.4 MPa에 비해 각각 24%와 29%정도씩 상승되었다. M재의 경우 수도물에서의 부식피로와 3% NaCl수용액에서의 부식피로는 부식과 응력이 동시에 작용하므로 그 수명이 공기중에서의 경우보다 현저히 감소되고 있다. 10^6 사이클을 기준으로 하여 수도물에서 부식피로파괴시의 응력은 약 294.2MPa으로 12%정도 감소하였고 3% NaCl 수용액중에서는 약 245.2MPa으로 26% 정도 저하되었다.

10^6 사이클을 기준으로 할 때 부식작용이 약한 수도물(tap water)에서 부식피로파괴시의 응력은 A재가 약 387.4MPa이고 B재가 약 397.2MPa으로 M재에 비해 각각 32%, 35%정도 향상하였고, 3% NaCl 수용액에서는 A재가 약 343.2MPa이고 B재가 약 362.8MPa으로 M재에 비해 각각 40%, 48% 정도 증가하였다.

이온질화처리재는 시험편의 표면층에 압축잔류응력

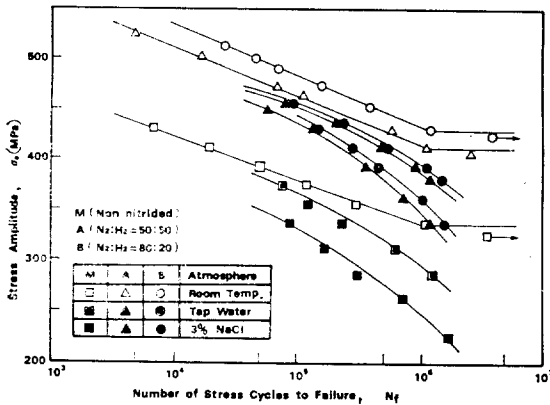


Fig. 7 S-N diagrams of non-nitrided and ion-nitrided specimens

이 발생하고 내식성이 큰 ≡조직이 생성되어 무처리재인 M재보다 부식과 균열발생이 지연되기 때문에 피로파괴 수명이 증가되는 것으로 사료되며 이온질화처리재 중에서도 N₂가스량이 많은 B재가 A재보다 더 큰 ≡조직이 생성되므로 보다 내식성이 향상되어 부식피로 파괴수명이 증가된다고 생각된다.

3-3. 균열진전의 거동

본 실험에서 이용한 BFS법에 의한 스트레인 게이지 출력의 균열길이 환산은 다음과 같이 하였다. 먼저 모재에서의 균열길이의 실측값 *a*와 컴플라이언스(개구변위/하중, *V/P*)와의 관계를 구하면 무차원량

$$F = \frac{1}{\sqrt{BE\lambda + 1}}$$

을 이용해서 *F*와 *a/W*의 관계는

$$a/W = C_0 + C_1F - C_2F^2 + C_3F^3 + C_4F^4 + C_5F^5$$

와 같이 5차다항식으로 근사한다[18]. 여기서 *a*는 균열길이, *B*는 시험편 관폭, *E*는 Young's modulus, *W*는 시험편 판폭이고 *C*₀~*C*₅는 최소자승법으로 구해지는 회귀계수(regression coefficients)이다. 그리고 ≡_b를 기준으로해서 컴플라이언스 λ'를 정의하면

$$\lambda' = \epsilon_b W / \Delta P$$

의 관계가 있다[17]. Fig. 8에는 BFS법에 의한 ≡_b *BEW/ΔP*대 *a/W*의 표준화 곡선과 회귀계수 *C*₀~*C*₅를 함께 나타내었다. 이 표준화곡선을 기준으로 하여 실험조건이 다른 시험편의 균열길이를 BFS의 측정치로부터 환산할 수 있다.

응력확대계수범위의 계산은 다음 식을 이용하였다[19].

$$\Delta K = \frac{\Delta P}{B\sqrt{W}} Y(a/W)$$

여기서

$$Y(a/W) = \frac{2+a/W}{(1-a/W)^{3/2}} (0.886 + 4.64(a/W) - 13.32(a/W)^2 + 14.72(a/W)^3 - 5.6(a/W)^4)$$

이다. 공기중에서의 균열진전속도 *da/dN*와 응력확대계수폭 *ΔK*의 관계는 Fig. 9와 같다. 그림과 같은 관계를 최소자승법으로 얻은 직선식은 다음과 같다.

M재 : $da/dN = 3.828 \times 10^{-10} (\Delta K)^{3.79}$

A재 : $da/dN = 4.645 \times 10^{-11} (\Delta K)^{4.56}$

B재 : $da/dN = 1.353 \times 10^{-11} (\Delta K)^{4.94}$

본 실험에서의 비교적 낮은 *ΔK*영역에서는 이온질화처리재가 표면층에 발생하는 질화물층과 압축잔류응력의 영향으로 균열의 발생과 진전을 지연시키기 때문에 공기중 피로수명이 향상되었다. 이것을 Fig. 10의 유효응력확대계수폭비 $U (= \Delta K_{eff} / \Delta K)$ 와 최대응력확대계수 *K*_{max}의 관계로 나타내면 비교적 낮은 *ΔK*영역에서는 이온질화처리재중 N₂의 가스량이 큰 경우가 균열단합 현상이 큰 것을 알 수 있다. 그러나 비교적 높은 *K*_{max}영역에서는 오히려 이온질화처리재가 균열의 진전속도가 커짐을 보이는데 이것은 압축잔류응력이 서서히 풀어지고 표면에 형성되는 질화물층에 의해 표면경화의 영향으로 이온질화처리재의 N₂의 가스량이 큰

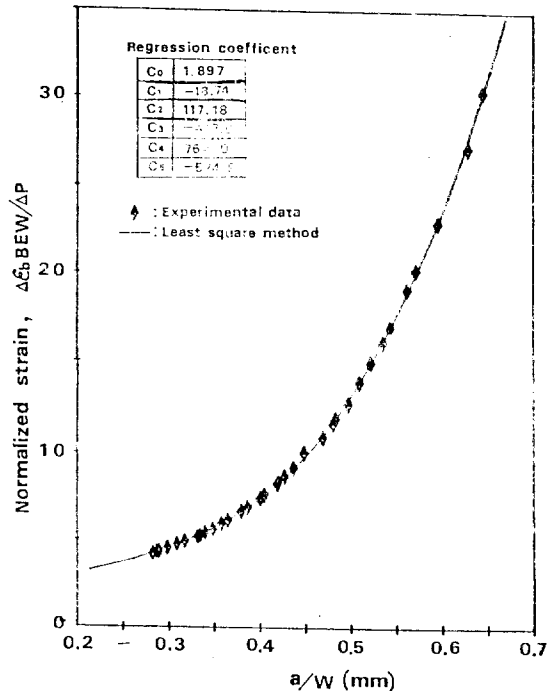


Fig. 8 Variation in normalized BFS with *a/W*

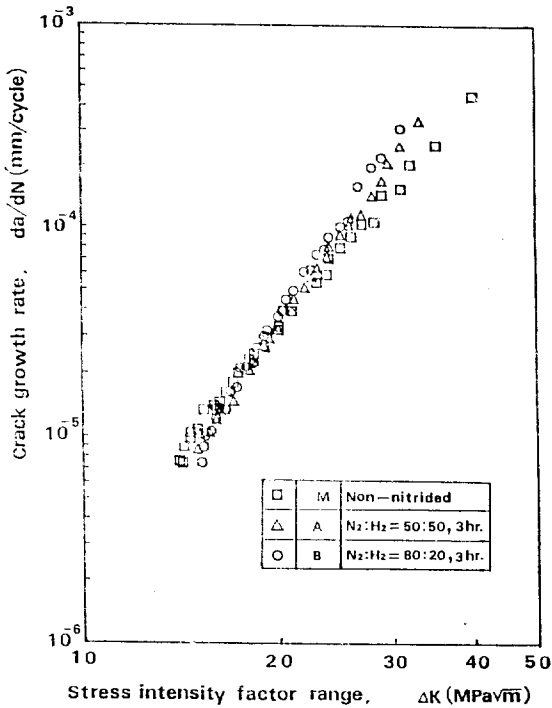


Fig. 9 Relation between crack growth rate and stress intensity factor range in air

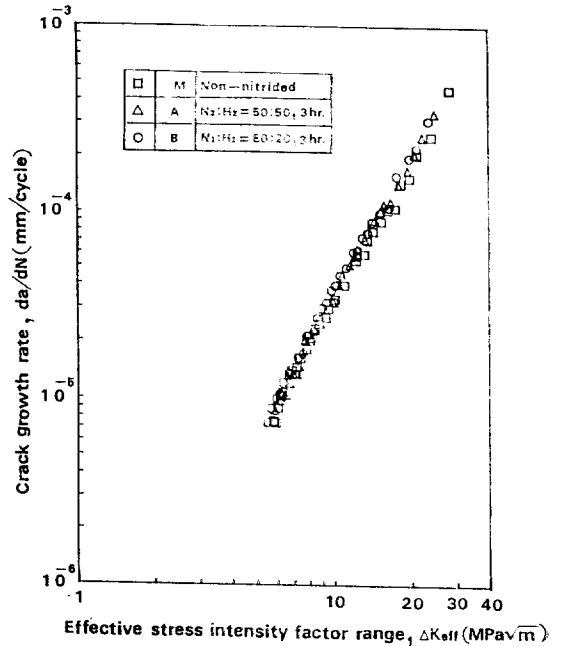


Fig. 11 Relation between crack growth rate and effective stress intensity factor range

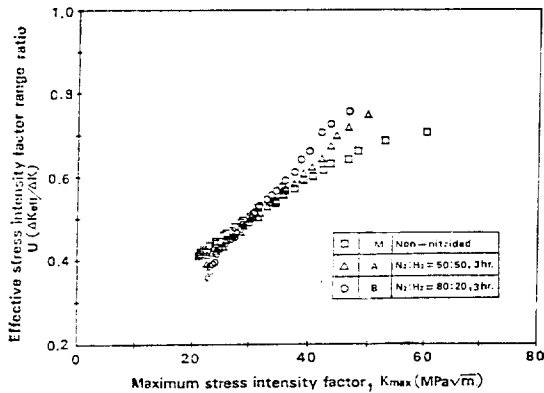


Fig. 10 Relation between effective stress intensity factor range ratio and maximum stress intensity factor

경우가 균열단형현상이 적어지기 때문이다.

균열단형량이 균열진전속도에 미치는 영향을 정량적으로 평가하기 위해 이온질화처리재와 무처리재의 da/dN 대 ΔK_{eff} 의 관계를 Fig. 11에 나타냈다. 그림에서 보는 바와 같이 이온질화처리재와 무처리재가 거의 일치하여 이온질화가 균열단형량에 차이를 줄일 일

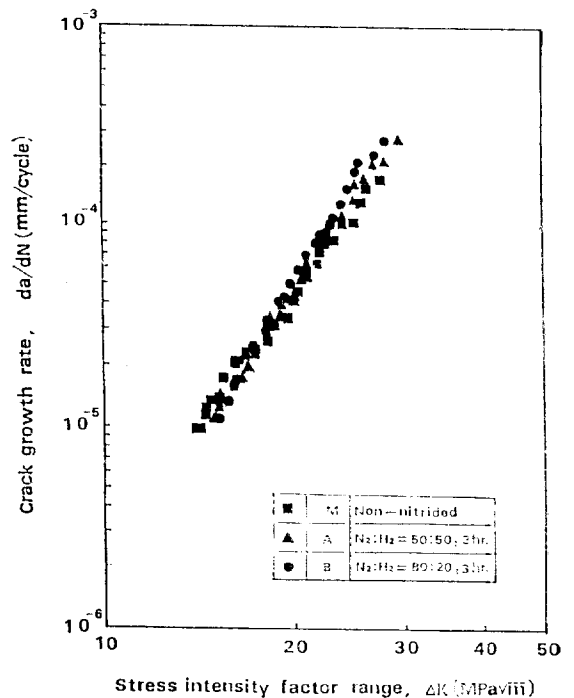


Fig. 12 Relation between crack growth rate and stress intensity factor range in 3% NaCl aqueous solution

수 있다.

부식환경하에서의 균열진전속도 da/dN 와 응력확대 계수 K 의 관계는 Fig. 12와 같다. 전영역에 걸쳐서 공기중에서의 균열진전속도보다 빠르게 나타났으며 불연속적인 균열진전양상을 보이는데 그 이유는 균열선단이 부식되어 무디어 지기 때문인 것으로 사료된다.

4. 결 론

1) 표면층의 압축잔류응력이 가장 크고 $\epsilon(\text{Fe}_{2-3}\text{N})$ 조적이 가장 많이 나타나는 B재가 공기중 피로한도 및 부식피로의 수명이 가장 크게 증가하였다.

2) 반복 인장-압축하중 시험의 경우 이온질화처리재는 무처리재에 비해 공기중에서의 피로한도(10^6 사이클 기준)가 약 24~29%, 부식환경하에서의 피로파괴응력(10^6 사이클 기준)이 약 32~48%상승하였다.

3) 본 실험에서의 저 ΔK 영역에서는 이온질화처리재 중 N_2 가스량이 큰 경우가 균열단합현상이 크게 나타났고, 고 ΔK 영역으로 갈수록 균열단합현상이 적게 나타났다.

4) 부식환경하에서의 균열진전속도는 균열선단이 부식되어 무디어 지기 때문에 불연속적인 균열진전양상을 보인다.

參 考 文 獻

- [1] P.J.E. Forsyth, and C.A. Stubbington, "Some Metallographic Observations on the Fatigue Behavior of Copper and Nickel and Certain of Their Alloys", *J. Institute of Metals*, No. 85, pp.90-94, 1957.
- [2] 小川喜代一, "鋼의 耐疲勞性に 關聯する 熱處理法の 問題點(各種 窒化處理鋼について)", *機械の研究*, 第30卷, 第11號, pp.1288-1294, 1978.
- [3] 瀧島延雄, "最近の 窒化處理法", *鐵と鋼*, No. 6, pp.492-497, 1984.
- [4] 高瀬孝夫, "鋼의 表面硬化法としての 窒化", *鐵と鋼*, 第9號, pp.1423-1434, 1980.
- [5] C.K. Jones, S.W. Martin, D.J. Sturges, and M. Hudies, "Ion Nitriding", *Heat Treatment 1973 Proc. of a Conference by the Heat Treatment Joint Committee of the Iron & Steel Institute, The Metals Society*, pp.71-77, 1975.
- [6] H. Sutton, M. Sc., "Fatigue Properties of Nitrided Steel", *Metal Treatment*, Vol. 2, pp. 89-92, 1936.
- [7] Von Karl Wellinger und Paul Gimmel, "Die Biegegeschwindigkeit nitrierter Proben mit verschiedenen Durchmesser", *Archiv für das Eisenküttenwesen*, 23. Jahrgang, Heft 5/6, pp. 203-205, 1952.
- [8] 喜多 清, 松田昭三, 荻野兵衛, 中村 宏, 堀川 武, 岡崎章三, "タフトライド 處理した 軟鋼(平滑試片)の 疲勞強度とその 組織について", *日本金屬學會誌*, 第37卷, 第1號, pp.26-37, 1973.
- [9] 中村, 宏, 岡崎章三, 堀川 武, 柴尾勝耀, "タフトライド處理材の 疲勞舉動", *日本機械學會 論文集*, 第39卷, 第328號, pp.3519-3530, 1973.
- [10] 田中眞一, 初野耕三, 夏井由郎, 中村 宏, "タフトライド 處理鋼の 疲勞強度", *材料*, 第18卷, 第194號, pp.970-975, 1969.
- [11] K.S. Cho and C.O. Lee, "The Wear Characteristics of Ion-nitrided Steels", *Wear*, Vol. 64, pp.303-310, 1980.
- [12] E.H. Wang, "Friction and Wear Characteristics of Ion-nitrided High Speed Steels", *Master Thesis, KAIST*, 1982.
- [13] B.O. Lee, "Effect of Compound Layer on Wear of Ion-nitrided SKT-4 Steels," *Master Thesis, KAIST*, 1983.
- [14] 中村 宏, 岡崎章三, 堀川 武, 松田昭三, 荻野兵衛, "タフトライド處理材の 疲勞強度(第二報)", *川崎技報*, 第47號, pp.1-10, 1972.
- [15] Herbert Tauscher und Horst Buckholz, "Dauerfestigkeit und Korrosionszeitfestigkeit der Stähle nach thermischer oder chemisch-thermischer Oberflächenhärtung", *Neue Hütte*, 19. Jg., Heft 4, pp.228-231, April, 1974.
- [16] ASTM, Standard Test Method for Constant-Load-Amplitude Fatigue Crack Growth Rates Above 10^{-8} /cycle, Vol. 03.01, pp.714-736, 1986.
- [17] 國尾 武, 中澤一, 林 郁彦, 岡村弘之 編集, *破壊力學 實驗法*, 朝倉書店, pp.142-144, 1984.

- [19] John E. Srawley, "Wide Range Stress Intensity Factor Expressions for ASTM E399 Standard Fracture Toughness Specimens", *Inter. J. of Fracture*, Vol. 12, No. 3, pp.475-476, 1976,
- [18] Ashok Saxena and S.J. Hudak, Jr., "Review and Extension of Compliance Information for Common Crack Growth Specimens", *Inter. J. of Fracture*, Vol. 14, No. 5, pp.453-468, 1978.