

〈 論 文 〉

플라즈마 이온질화한 SACM645 강의 미세조직 및 피로균열 발생의 해석

金京泰 · 權肅仁

고려대학교 공과대학 금속공학과

The Analysis of Fatigue Crack Initiation and
Microstructure of Plasma Ion Nitrided SACM645 Steel

K. T. KIM and S. I. Kwum

Dept. of Metallurgical Engineering, Korea University, Seoul 136-701

ABSTRACT

The fatigue crack initiation behavior of plasma ion nitrided SACM645 steel was investigated through the rotary bending fatigue test and residual stress measurement by XRD. It was shown by XRD and EPMA that the plasma ion nitrided surface was composed of $\gamma'(Fe_4N)$ phase and $\epsilon(Fe_{2-3}N)$ phase, and that the nitrogen atoms existed in Fe matrix in diffusion layer. The OM, SEM and Auger spectroscopy showed that the depth of compound layer, mixed compound and diffusion layer, and diffusion layer was $8\mu m$, $30\mu m$ and $300\mu m$, respectively. However, the microhardness test showed that the depth of hardened layer was $500\mu m$. The tensile strength of the ion nitrided SACM645 was lower than that of the unnitrided SACM645, and the ion nitrided specimen was fractured without plastic deformation. The nitrided SACM645 showed much poorer low cycle fatigue properties than the unnitrided one. In rotary bending fatigue, the fatigue strength of the ion nitrided SACM645 was higher than that of the unnitrided specimen, and the fatigue crack initiation sites changed by applied fatigue stress levels. The XRD result showed that the ion nitrided SACM645 has the compressive residual stress from surface to $600\mu m$ deep and the tensile residual stress from $600\mu m$ to deeper site. It is thought that crack initiation takes place at the point where the total stress of residual stress and applied stress is maximum.

1. 서 론

기존의 재료에 표면처리를 통하여 원하는 기계적

성질을 얻는 공정들은 다양하게 발전되어 왔는데 특히 플라즈마 이온질화법은 글로우 방전을 이용하여 표면경도를 향상시킴으로써 금속의 기계적 성질을 향

상시키고, 또한 종래의 침탄, 고주파 열처리에 비하여 저온에서 처리하므로 변형이 적어 정밀부품 등의 표면처리에 적합하다. 이온질화법은 Egan에 의해 고안되어 1960년대에 Berghaus에 의해 실용화되었는데, 진공용기 내부에서 방전에 의해 가공되는 무공해 열처리법으로서 이온의 스퍼터링효과에 의해서 표면이 활성화되어 질화된다. 이온질화 공정은 처리시간이 짧고 온도 및 처리조건 조절이 용이하며 작업공정이 간단하므로 향후 가스질화를 대신한 가장 주된 질화방법이 될 것으로 예상된다.^{1),2),2)}

이온질화에 따른 기계적 성질의 향상으로는 내마모성, 내부식성, 내피로성 향상이 보고되고 있는데, 이중 내피로성에 대해서는 내마모성이나 내부식성과는 달리 학자들에 따라 피로수명의 향상 정도나, 수명 향상 원인에 있어서 견해가 일치하고 있지 않다⁴⁻⁷⁾. 질화처리에 관한 연구를 살펴보면 山中⁸⁾은 회전굽힘용력피로시험에서 SM35C에서는 66%, SCM3에서는 89%의 피로한도 증가를 보고하였다. 그러나 J.M. Cowling 등⁴⁾은 반복인장, 압축시험에 있어서 피로한도의 상승이 나타나지 않는다고 하였으며 또한 이임열⁷⁾, Herman⁹⁾ 등은 ion implantation의 경우 표면경화에 의한 피로균열의 발생억제를 굽힘용력피로시험에서의 주된 피로수명 향상원인으로 꼽으면서도 인장강도의 저하원인이나 응력양식에 따라 피로수명이 감소하는 경우, 즉 굽힘용력피로시험에서는 피로강도가 증가하나 push-pull type의 피로시험에서의 피로강도의 감소를 설명하지 못하였다. 이에 본 연구에서는 SACM645강의 회전굽힘용력피로시험, 저주기피로시험 등을 통하여 이온질화에 따른 피로수명의 향상정도를 조사하고 미세조직분석과 잔류응력측정을 통하여 피로수명의 증감원인을 분석하고자 하였다.

2. 실험방법

2.1 시편제작

이온질화재로는 SACM645강을 선택하였다. 이 강에는 강한 질화물 형성원소인 Al과 Cr이 각각

1.02%, 0.55% 함유되어 있어서 질화효과를 극대화 시키기에 적합한 재료이다. SACM645강의 성분원소 함량은 Table 1과 같다. 이온질화의 전처리로 830℃에서 2시간 동안 노말라이징 처리를 행하였고, 530℃에서 10시간 동안 가스비를 N₂:H₂:Ar=1:1:1로 하여 이온질화를 행하였다.

Table 1 Chemical composition of SACM645.

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Al
wt%	0.45	0.16	0.41	0.01	0.02	0.55	0.39	1.02

2.2 질화시편의 분석

2.2.1 주사전자현미경 관찰 및 EPMA분석

이온질화시편을 질화층에 수직한 방향으로 절단한 후에 단면을 연마하고, 4% Nital로 15초 동안 에칭시킨 후 gold coating하여 주사전자현미경으로 각 층의 두께와 깊이를 관찰하였으며 EPMA로 각 층의 성분분석을 행하였다.

2.2.2 미소경도값 분석

SHIMADZU사의 Micro Vickers hardness tester로 미소경도값을 측정하였다. 주사전자현미경 관찰시와 같은 방법으로 시편을 준비하여 30 μ m에서 50 μ m의 간격으로 각각 7회씩 측정한 후 최소값과 최대값을 뺀 나머지의 평균으로 경도값을 구하였다. 이때 하중과 하중유지시간은 각각 50g, 15초로 하였다.

2.2.3 X-선회절분석실험

이온질화한 시편에 대하여 각 층에 따른 화합물의 생성 상태를 알아보기 위하여 표면, 30 μ m깊이, 60 μ m깊이, 기지의 시편을 제작한 후에 각각의 X선회절분석을 행하였다. 이때 시편의 준비는 0.25 μ m의 알루미늄으로 가볍게 최종연마하여 표면변형을 최소화시켰다.

2.2.4 Auger spectroscopy 분석

이온질화에 의하여 화합물층과 확산층이 형성되는데, 이들의 질소분포를 알아보기 위하여 Auger로 line profiling하여 질소분포를 알아보았다.

2.3 피로시험 및 분석

2.3.1 인장시험, 저주기피로시험 및 회전굽힘응력 피로시험

이온질화한 SACM645강의 내피로성을 알아보기 위하여 인장시험, 저주기피로시험, 회전굽힘응력피로시험을 각각 행하였다. 인장시험은 용량 10톤의 hydraulic dynamic test machine Instron 1350 Model을 사용하여 응력제어로 파괴시까지 인장하여 X-Y recorder로 이를 기록하였다. 저주기피로시험은 인장시험에서와 같은 기계로 시편의 게이지 부분에 extensometer를 부착하여 0.6%, 0.8%의 일정변형률제어로 피로시험을 행하였으며, 파형은 일정 변형속도를 주기 위하여 삼각 파형을 사용하였고, 반복변형거동은 X-Y recorder를 이용하여 추적하였다. Tokyo testing machine사의 One식 rotary bending fatigue test machine(Type FTO No.10)을 사용하여 회전굽힘 응력피로시험을 행하였으며 이 시험에서 피로한은 10⁷ 사이클로 잡았다.

2.3.2 피로파면 관찰 및 EPMA분석

회전굽힘응력피로시험 후 각 파면을 광학현미경과 주사전자현미경으로 관찰하여, 피로균열의 발생위치와 파괴양상, 균열부 주위의 개재물을 관찰하고 이들을 EPMA로 정성적 분석을 행하였다.

2.4 잔류응력의 측정

질화층의 깊이에 따른 잔류응력을 측정하기 위하여 이온질화한 시편을 표면에서부터 #400, #800, #1200, #1500, #2000의 순서로 연마하고, 1 μ m, 0.25 μ m의 알루미나로 연마하여 연마에 따르는 변형을 최소화하면서 깊이에 따른 측정시편을 만들었다. 연마입자의 크기에 따른 일반적인 변형층의 깊이는 0.5 μ m 미만¹⁰⁾이며 X-선의 투과깊이는 대략 10 μ m까지로 보고되고 있으므로 본 실험의 잔류응력 측정에 있어서 연마에 따른 변형층은 무시해도 무방할 것이다. 또한 층의 제거에 따른 응력상태의 변화가 문제가 되는데 이는 M.G. Moore¹¹⁾의 주장에 따르면 실제

XRD로 측정된 값과의 차이가 크지 않으므로 고려하지 않았다. 본 실험에 있어서 X-선 회절에 의한 잔류응력의 측정은 sin² ψ 법에 의하여 행하였고, 측정장치는 잔류응력 측정용 X-선 회절기(Rigaku사, Model: MJ 200DE)를 사용하였다. 여기서 잔류응력측정을 위한 X-선 회절조건을 Table 2에 나타내었다.

Table 2 Conditions of X-ray diffraction for residual stress measurement.

characteristic X-ray	Cr-K α
Diffraction plane	(211) α -Fe
Tube Voltage	30kV
Tube ampere	10mA
Scan speed	2°/min
2 θ range	151°~162°

3. 실험결과 및 고찰

3.1 이온질화에 따른 분석

3.1.1 X-선 회절시험

이온질화시 깊이에 따른 상을 X-선 회절시험을 통하여 분석하였고 이를 Fig. 1에 나타내었다. 그 결과 표면에는 γ (Fe₄N)과 ϵ (Fe₂₋₃N)의 혼합상이 존재함을

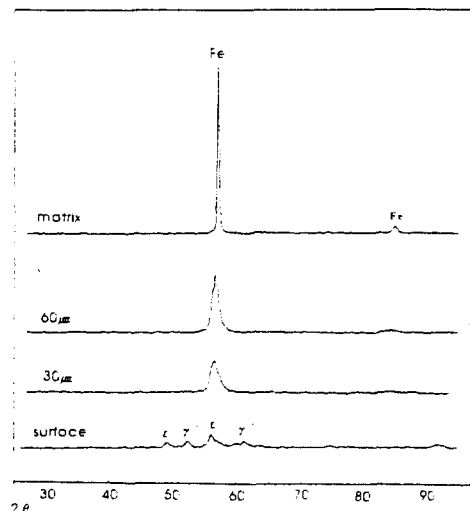


Fig. 1 XRD of the ion nitrided SACM645 at various depth.

알 수 있었고, 기지내부에서 표면으로 나옴에 따라 Fe peak의 이동이 저각 방향으로 이루어지고 있음을 알 수 있었는데 이로부터 표면 가까운 부근에서는 질소가 Fe에 고용되어 있음을 알 수 있었다.

3.1.2 질화층의 미세조직의 관찰

표면으로부터 깊이에 따른 미세조직을 알기 위하여 주사전자현미경 관찰을 해 보았고, 이를 Fig. 2에 나타내었다. 여기서 화합물층(백색층)은 $8\mu\text{m}$ 깊이로 존재하며 이 백색층은 침상형태로 확산층의 내부로 침투하여 $30\mu\text{m}$ 깊이까지 혼합층을 이루고 있음을 알 수 있다. 3000배 주사전자현미경 사진에 보이는 침상부위와 그 인접부위들을 각각 EPMA분석(Fig. 3)하였는데 침상에서는 질소를 검출하였으나 다른 부분들에서는 질소를 검출하지 못하였는데 이로부터 이 침상은 상대적으로 질소농도가 높으며, 앞의 X-선 회절분석결과와 종합해 볼 때 $\gamma(\text{Fe}_4\text{N})$ 과 $\epsilon(\text{Fe}_{2-3}\text{N})$ 의 혼합상으로 이루어져 있음을 알 수 있다.

3.1.3 질화층의 경도

노멀라이징 처리 후 미소경도값은 Hv250에서 Hv282로 증가하였고, 이온질화처리 후 표면으로부터 깊이에 따른 경도값은 Fig. 4와 같다. 0에서 $40\mu\text{m}$ 깊이까지는 약 Hv1160에서 Hv1000 사이의 불규칙한 분포를 나타내다가 $40\mu\text{m}$ 깊이에서부터는 경도값이 꾸준히 감소하기 시작하여 $500\mu\text{m}$ 이상의 깊이에서는 경도변화가 거의 없어 경화층의 깊이는 약 $500\mu\text{m}$ 임을 알 수 있었다. 최고 경도값은 Hv1270이었으며 이때의 깊이는 표면으로부터 약 $40\mu\text{m}$ 지점이었다. 이 사실로 미루어 볼 때 최고 경도값은 확산층의 최표면에서 얻어짐을 알 수 있었으며 화합물층의 경도값이 이보다 상대적으로 낮음을 알 수 있었다.

3.1.4 Auger spectroscopy 분석

질화층에 따른 질소농도의 차이와 확산층의 정확한 깊이를 알기 위하여 Auger spectroscopy로 line profile실험을 행한 결과를 Fig. 5에 나타내었다. 이로부터 표면에서 $8\mu\text{m}$, $30\mu\text{m}$, $300\mu\text{m}$ 의 깊이에 질소농

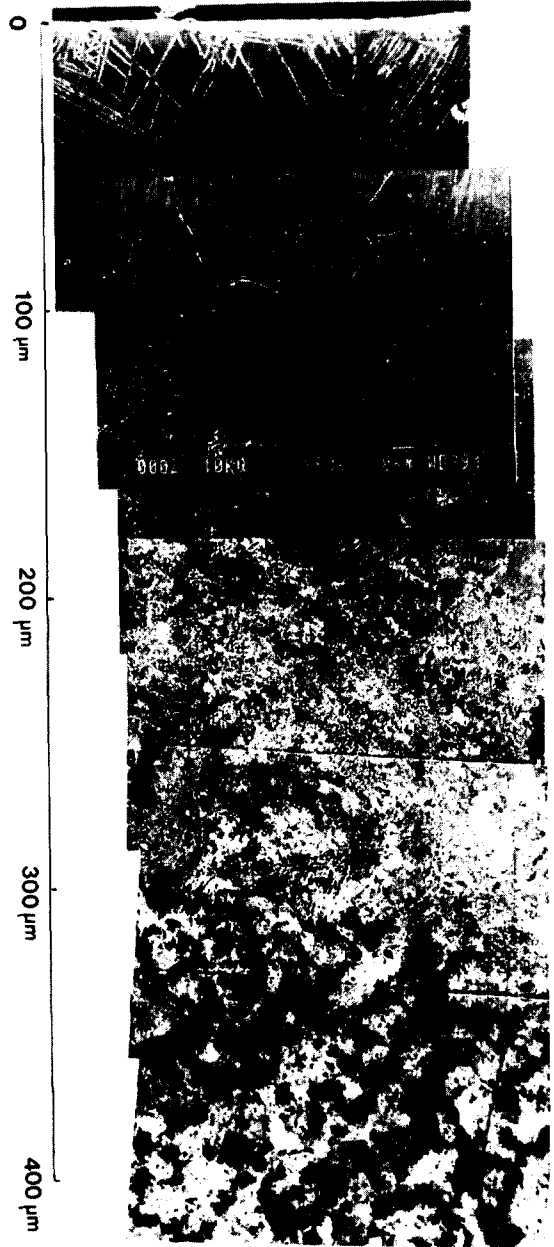


Fig. 2 SEM of the ion nitrided SACM645 from surface to interior.

도의 차이가 존재함을 알 수 있고, 이는 앞의 주사전자현미경으로 확인한 화합물층, 화합물층과 확산층의 혼합층, 확산층의 깊이와 일치함을 알 수 있다.

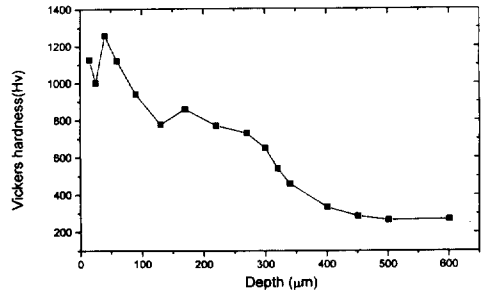
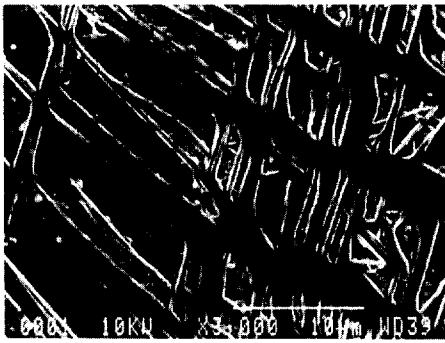
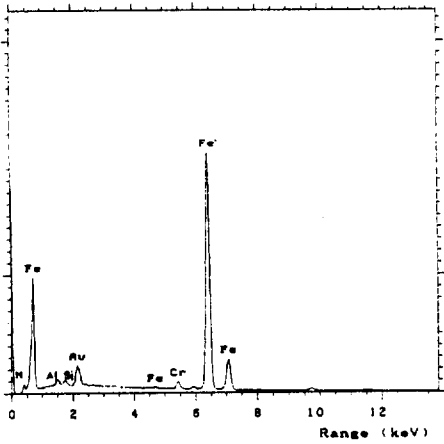
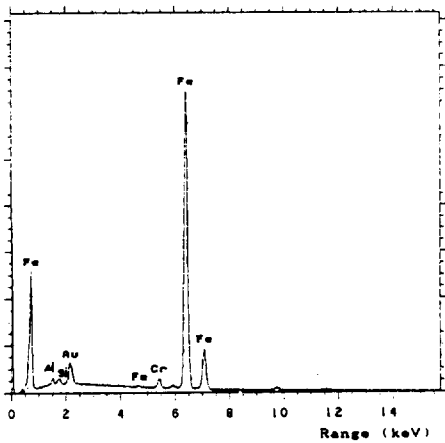


Fig. 4 Variation of Vickers hardness with the depth of the ion nitrided SACM645.



a



b

Fig. 3 EPMA of compound layer and diffusion layer.

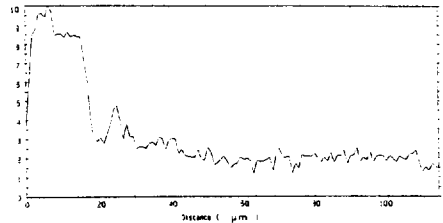
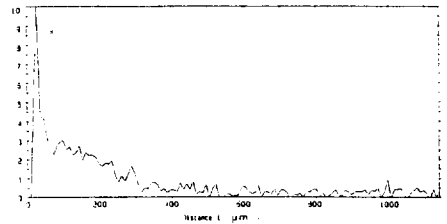


Fig. 5 Auger nitrogen line profile with respect to the depth from the surface.

3.2 이온질화에 따른 내피로성의 분석

3.2.1 개요

표면경화처리에 의한 내피로성의 향상 요인으로는 표면경화에 따른 피로균열의 발생억제가 주된 원인으로 발표되어 왔다. 표면은 내부기지보다 소성변형에 대한 저항이 작고, 대기에 직접 접해 있으며, 재료에 있어서 인장, 압축 이외의 응력은 표면에서 최대가

되는 등의 이유로 내부보다 피로의 피해를 쉽게 받으므로 내부에 현저한 결함을 가질 때를 제외하고는 피로파괴는 표면에서 발생한 피로균열의 전파에 의해 일어난다고 알려져 있으므로, 이온질화한 SACM645강의 경우 질화하지 않은 강에 비해 피로균열의 발생이 억제되어 피로수명이 향상되리라 예측하고 피로시험을 하였다.

3.2.2 인장시험

인장시험결과 이온질화한 SACM645는 소성변형을 받은 흔적이 바로 파단이 일어남을 알 수 있었고 고 따라서 항복강도도 얻을 수 없었다.(Fig. 6)

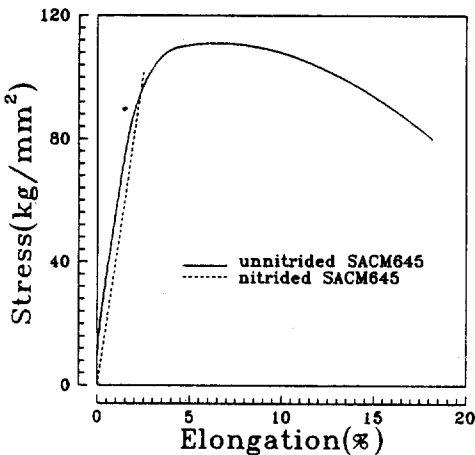


Fig. 6 The folw curve of the ion nitrided and the unnitrided SACM645

3.2.3 저주기 피로시험

변형률제어로 피로시험을 행하였는데 0.6% 변형을 조건에서는 1055사이클에서 45사이클로, 0.8% 변형을 조건에서는 213사이클에서 10사이클로 이온질화에 의해 피로수명이 감소함을 알 수 있었다.

3.2.4 회전굽힘응력 피로시험

앞에서 본 바와 같이 변형률 제어인 저주기피로시험에서는 이온질화시킨 강의 피로수명이 짧았음에도

불구하고 응력제어인 회전굽힘피로시험에서는 실현한 모든 응력범위에서 이온질화한 강의 피로수명이 훨씬 길었으며 특히 피로한(fatigue limit)은 질화하지 않은 강 거의 2배 가량으로 향상되었음을 Fig. 7의 S-N곡선에서 알 수 있다. 이렇게 굽힘피로성질이 향상된 것은 피로균열전파속도가 늦어져서가 아니라 피로균열생성이 지연되었기 때문으로 사료된다.

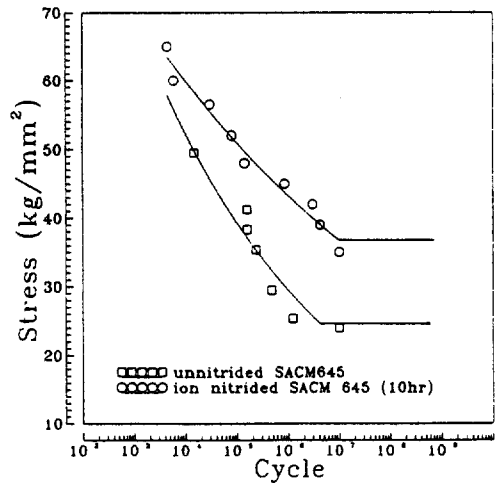


Fig. 7 S-N curve of the ion nitrided and the unnitrided SACM645.

3.2.5 피로파면의 관찰

회전굽힘응력피로시험 후 각각의 파면을 광학현미경(Fig. 8)과 주사전자현미경(Fig. 9)을 이용하여 관찰하고 피로균열의 발생위치를 측정하였으며, 피로균열부 주위를 EPMA를 이용하여 분석하였다(Fig. 10). 그 결과 일정응력 56kg/mm² 이상의 조건에서는 피로균열이 시편의 표면에서 발생하였으나, 응력이 낮아짐에 따라 균열발생이 시편의 내부에서 일어났으며 피로하중이 감소할수록 균열발생의 위치는 깊어지는 경향을 발견할 수 있었다(Fig. 11). 피로균열은 개재물에서 기인하는 경우도 있었는데 이의 주사전자현미경사진과 EPMA 분석결과가 Fig. 10이다. 이 개재물들은 AlN으로 분석되었으나, 질소의 고용은 300 μ m 깊이

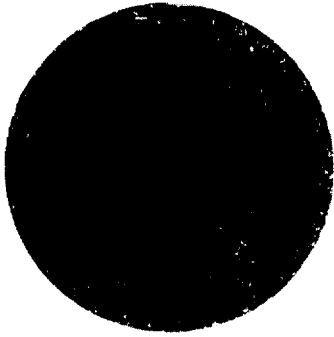
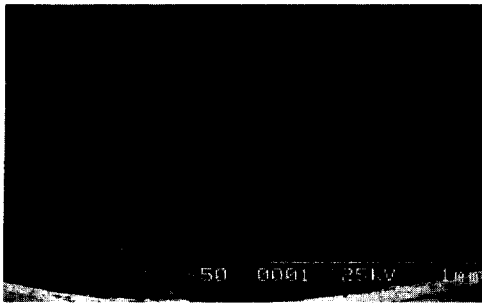
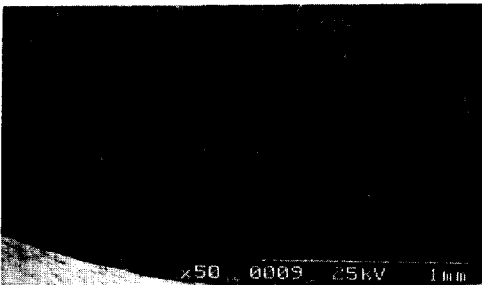


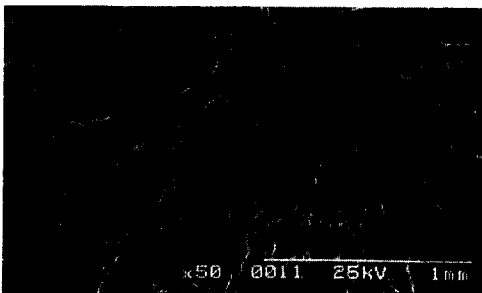
Fig. 8 Optical micrograph of the ion nitrided specimen fractured by rotary bending fatigue.



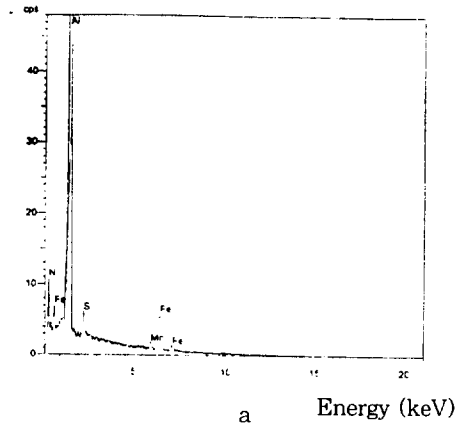
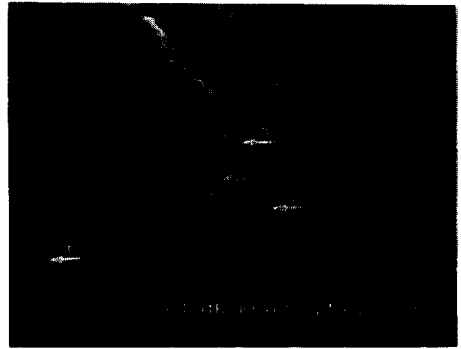
a. $\sigma = 41.5 \text{ kg/mm}^2 (\times 50)$



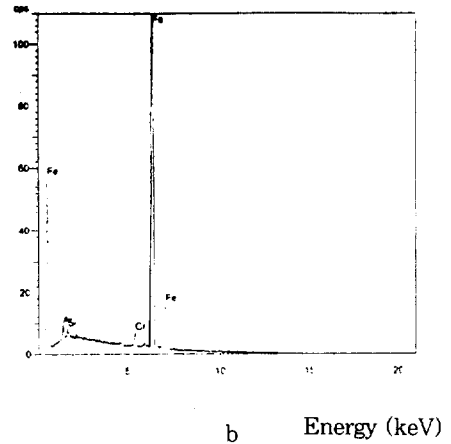
b. $\sigma = 45.5 \text{ kg/mm}^2 (\times 50)$



c. $\sigma = 49.5 \text{ kg/mm}^2 (\times 50)$



a Energy (keV)



b Energy (keV)

Fig. 10 SEM of the fractured surface of the ion nitrided specimen ($\sigma = 41.5 \text{ kg/mm}^2$) and EPMA of the inclusions. (a and b stand for the inclusions indicated as arrows in the photograph.)

Fig. 9 SEM of the fractured surface of the ion nitrided specimen at various applied stresses.

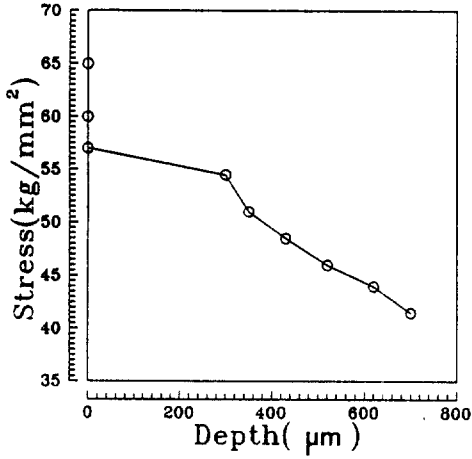


Fig. 11 Variation of fatigue crack initiation sites with respect to the applied stresses.

까지 이루어지고 있으므로(Fig. 5) 이 AIN은 이온질화에 기인한 개재물이 아니고 강의 제조과정에서 형성된 개재물들로 추측된다.

3.3 잔류응력의 측정 및 해석

3.3.1 X-선 회절을 이용한 잔류응력측정

깊이에 따른 잔류응력의 측정결과를 Fig. 12에 나타내었다. 표면에서 50μm 깊이까지의 잔류응력은 화합물층이 형성되어 있으므로 측정할 수 없었다. 대략 600μm 깊이까지 압축잔류응력이 존재함을 알 수 있었고 600μm 이상의 깊이에서는 인장잔류응력이 존재함을 알 수 있었다.

3.3.2 잔류응력을 이용한 피로균열 발생위치의 예측 및 실제의 비교

이온질화에 기인한 잔류응력과 굽힘에 의한 표면에서 내부로의 선형적으로 감소하는 인장응력을 합한 전체 응력상태를 Fig. 13에 나타내었다. 이 값이 최대가 되는 지점 즉, 표면에서 내부까지 인장응력이 가장 큰 지점에서 피로균열이 발생한다고 가정하면 피로균열의 발생위치는 부가되는 피로하중이 낮아짐에 따라서 표면으로부터 깊어지는 경향을 나타내며, 이는 앞에서 실제 측정하였던 피로균열발생위치와 부

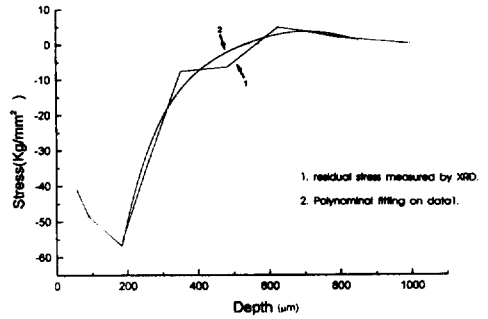


Fig. 12 Residual stresses with respect to the depth of the ion nitrided SACM645.

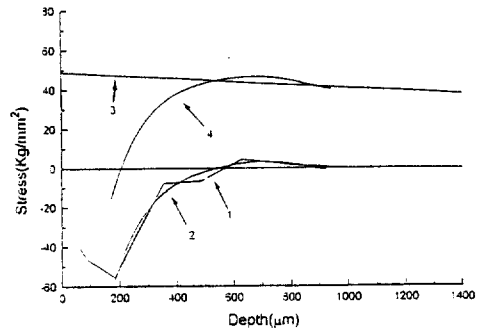


Fig. 13 Stress distribution in the ion nitrided SACM645.

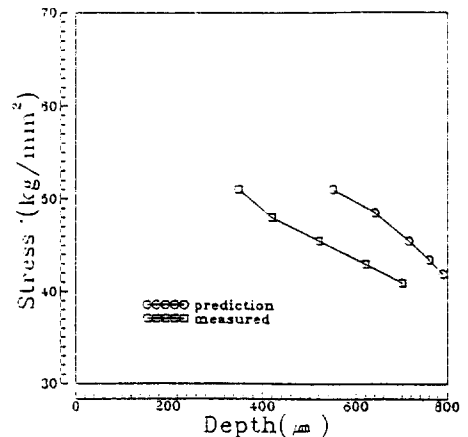


Fig. 14 Comparison of the measured fatigue crack initiation depths with the predicted results.

가되는 피로하중과의 관계와 대략적으로 일치함을 알 수 있다. 이 관계를 Fig. 14에 나타내었다.

최대가 되는 지점에서 피로균열이 발생하리라는 예측과 일치하는 경향을 보였다.

4. 결론

플라즈마 이온질화한 SACM645강의 미세조직 관찰과 피로발생의 관찰로부터 다음의 결론을 얻을 수 있었다.

- (1) 표면은 γ 상(Fe_4N)과 ϵ 상($Fe_{2-3}N$)의 혼합상으로 구성되어 있다.
- (2) 화합물층과 확산층의 두께는 각각 약 $30\mu m$ 과 $300\mu m$ 임을 주사현미경으로 확인하였고 미소경도 값으로 확인한 경화층의 두께는 약 $500\mu m$ 였다.
- (3) 질소농도의 분포는 백색층의 깊이인 $8\mu m$, 혼합층의 깊이인 $30\mu m$ 와 확산층의 깊이인 $300\mu m$ 지점에서 질소농도의 급격한 변화가 있다.
- (4) XRD로 표면으로부터의 응력을 측정된 결과, 잔류응력은 표면에서 $600\mu m$ 의 깊이까지는 압축잔류응력이 존재하고 그 이상 깊이의 내부에서는 인장잔류응력이 존재하였다. 회전굽힘피로시 거의 2배 가량의 피로강도의 향상은 표면에 존재하는 압축잔류응력으로 인한 피로균열발생의 지연에 기인하는 것으로 사료된다.
- (5) 회전굽힘피로시 부가응력이 작아짐에 따라 피로균열의 발생위치는 표면에서 내부로 이동하였는데 이는 잔류응력과 부가응력을 합친 전체응력이

참고문헌

1. P.C. Jindal: J. Vac. Sci. Technol., 15(2), (1978), 313
2. B. Chapman: Glow discharge processes, ch. 3-4, New York, (1980)
3. M. Hudis: J. Appl. Phys., 44, (1974\3), 1489
4. J.M. Cowling and J.W. Martin: Heat Treatment 79, The metal society, (1980), 178
5. D.H. Jack and S. Winnik: Heat Treatment 79, The metal society, (1980), 169
6. B.K. Jones and J. @. Martin: Metals. Technol, July (1978), 217
7. 이임열: 대한금속학회지, 25(6), (1987), 406
8. 山中久彦: 이온 窒化法, 日刊工業新聞社, (1975), 24
9. H. Herman: Nuclear Instruments and Methods, 182/183, (1981), 887
10. G. Petzow: Atzen, Gebruder Borntreager, Berlin, (1983)
11. M.G. Moore and W.P. Evans: Trans. SAE, 66, (1958), 340