

SCM435 강의 플라즈마 질화처리시 펄스 인자의 영향

송 동 원 · 이 인 섭†
동의대학교 신소재공학과

Influence of Pulse Parameters on the Plasma Nitriding of SCM435 Steels

Dongwon Song and Insup Lee†

Department of Advanced Materials Engineering, Donggeui University, Pusan 614-714

(2001년 10월 17일 받음, 2001년 12월 1일 최종수정본 받음)

Abstract The effect of the pulse parameters(pulse ratio and frequency) on the characteristics of the nitrided layer in the pulsed plasma nitrided SCM435 Steels was investigated. Material properties of the nitrided layer were analysed by employing optical microscope, scanning electron microscope(SEM), X-ray diffractometer(XRD) and micro-Vickers hardness tester. It was found that both the compound layer thickness and the surface hardness decreased with decreasing of pulse ratios. At high pulse ratio, the compound layer thickness and the surface hardness were rapidly decreased with decreasing frequency compared to lower pulse ratios.

Key words: Plasma Nitriding, γ' -Fe₄N, pulse ratio, frequency, compound layer

1. 서 론

금형, 자동차 및 각종 기계부품 또는 공구로 사용되는 재료의 표면특성, 즉 내마모성, 내식성, 내피로특성을 향상시키기 위해서 플라즈마 이온질화처리를 한다. 플라즈마 이온질화는 플라즈마의 높은 에너지를 이용하여 질소를 표면에 침투, 확산시켜 표면경도 HV 800~1200의 높은 경도를 가지는 질화층을 형성시키는 표면처리법이다. 플라즈마를 이용하면 종래의 가스질화 및 염욕질화에 비하여 환경오염 물질의 배출이 전혀없고, 미량의 가스를 사용하므로 유지비가 적게들고, 처리속도가 빠르고, 600°C이하의 저온에서 처리하므로 소재의 변형이 없고, 다공층이 거의 없는 질화층을 요구조건(γ' -Fe₄N, ϵ -Fe₂₋₃N 상의 단상화 가능)에 맞게 선택할 수 있는 등 장점이 많다.^{1~5)}

플라즈마 질화처리는 전원공급 방식에 의해서 DC, pulsed DC, micro-pulsed DC로 구별된다. 펄스전압을 사용하면 휴지시간(pulse off time)이 존재하여 순간적인 전자와 이온의 재결합 현상이 일어나서, 즉 전하의 중화현상으로 이온의 국부적인 현상을 감소시킬 수 있다. 펄스비는 [pulse on time/(pulse on time+pulse off time)]으로 정의되고, 주파수는 [1/(pulse on time+pulse off time)]으로 정의된다. 따라서 펄스 플라즈마 질화처리는 DC 플라즈마 질화처리에 비하여 아크의 발생이 적어서 처리물의 손상이 적고, 형상에 따른 이온밀집현상이 심하지 않아서 hole 부분에도 균일한 질화층을 얻을 수 있다.⁶⁾

현재 국내에서 DC 플라즈마 질화처리에 비하여 펄스 플

라즈마 질화처리에 대한 연구는 매우 미흡한 실정이다.^{7,8)} 따라서 펄스 플라즈마 질화처리에 대한 기본적인 연구를 체계적으로 수행할 필요성이 대두되었다. 이에 본 연구는 SCM 435 강을 펄스 플라즈마 질화처리시, 공정인자인 주파수와 펄스비를 각각의 변수로 하여 화합물층의 특성 변화를 조사하였다.

2. 실험 방법

2.1 펄스 플라즈마 질화처리

본 연구에 사용된 소재는 기계구조용 합금강인 SCM435를 이용하였으며, 그 화학성분은 Table 1과 같다. 시편의 전처리는 860°C에서 1시간 유지후 수냉(quenching)을 하고 550°C에서 30분간 유지의 소려(tempering) 처리 후 공냉을 실시하여 미세조직을 균일화 시켰다. 열처리가 끝난 시편은 경면 연마 후 초음파 세척을 실시하였다.

본 실험에 이용될 펄스 플라즈마 이온질화시스템의 주요 사양은 Unipolar 방식으로 10 kW/h 용량의 펄스발생장치가 있고, 300mm ϕ ×500mmH의 챔버는 hot-wall 방식으로 10 kW/h의 보조가열장치가 부착되어 있어서 900°C의 고온까지 가열이 가능하다. 그리고 펄스의 인가 및 휴지시간(pulse on, pulse off time)은 15~30,000 μ s까지 자유로이 조절이 가능하여 실험조건에 따른 다양한 펄스비(pulse ratio)나 주파수(frequency)를 얻을 수 있고, 아크 제어가 부착되어 연속적인 아크의 발생은 자동으로 제어된다. 이 펄스 플라즈마 장비를 이용하여 진공도 50 mtorr로 배기한 후, 표면 청정을 위해 sputtering을 실시한 후

† E-mail: islee@hyomin.donggeui.ac.kr

Table 1. Chemical composition of SCM435 steel.

C	Mo	Cr	Mn	P	S	Si
0.39	0.19	0.95	0.80	0.005 이하	0.03	0.21

Table 2. Plasma nitriding conditions and Pulse conditions.

Parameters	Ranges
Input voltage(V)	450
Gas composition(SCCM)	N ₂ :160, H ₂ :40
Pressure (torr)	6
Temperature (°C)	530
Time (hrs.)	5

Pulse-ratio Frequency	Pulse ratio			
	0.9	0.7	0.5	0.3
6667Hz	135/15	105/45	75/75	45/105
4000Hz	225/25	175/75	125/125	75/175
2000Hz	450/50	350/150	250/250	150/350
1000Hz	900/100	700/300	500/500	300/700

※ Pulse on time(μs)/Pulse off time(μs)

(전압: 350V, GAS유량: H₂:Ar=20:80, 펄스:N-on:1500μs, N-off:15μs, 처리시간:40min), 플라즈마 질화를 실시하였다.

플라즈마 질화는 질소와 수소를 혼합한 처리가스 분위기에서 보조열원을 이용하여 승온시킨 후 펄스전원을 이용하여 글로우 방전을 형성시킨 후 처리가 끝난 시편을 상온까지 냉시켰다. 질화처리시 펄스의 영향을 중점적으로 살펴 보기 위해 처리변수로는 펄스비 (pulse ratio), 주파수 (frequency) 만을 설정하고, 나머지 공정인자는 일정하게 유지 하였다. 세부조건은 Table 2에 나타내었다.

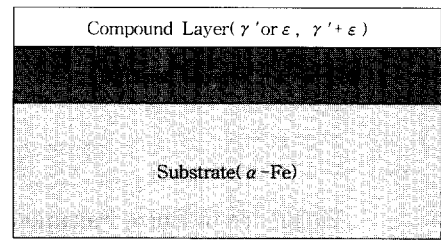
2.2 질화층의 재료 물성 평가

질화층의 시편의 수직 절단면을 경면연마한 후 3% Nital 용액으로 10초간 부식하여 화합물층 및 확산층의 미세조직을 광학현미경 및 주사전자현미경으로 관찰하였다.

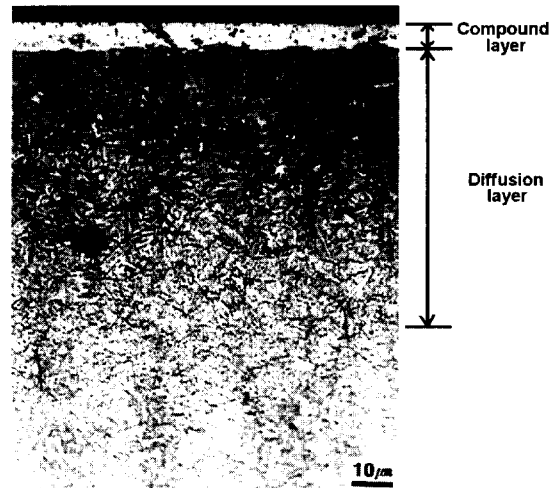
질화층의 경도 분포는 마이크로비커스 경도가(model: Mitutoyo MVK-H1)를 이용하였고 이때 표면은 knoop 압입자로 100g하중을 주어 15초간 측정하였으며, 수직 절단면은 vickers 압입자로 100g하중을 주어 15초간 측정하였다. 경도값은 각 깊이마다 10회 이상 측정하여 최소, 최대값을 제외한 값의 산술평균값으로 삼았다. 질화처리 후 표면에 생성된 상의 변화는 Cu-Kα선을 사용한 X선 회절 시험기(model:Rigaku D/Max-200)를 이용하여 40kV, 30mA의 조건으로 행하여 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

SCM435강을 플라즈마 질화시, Fig. 1에서 보는 바와 같이 백층(white layer) 이라 불리는 화합물층(compound layer)과 그 아래 확산층(diffusion layer)이 형성된다.



(a)



(b)

Fig. 1. (a) Schematic diagram of plasma nitrided layer. (b) Micrograph showing the nitrided layer of the pulsed plasma nitrided SCM435 steel.

Fig. 2는 펄스비 (pulse ratio)의 변화에 따른 화합물층의 두께 변화를 보여주는 광학현미경 미세조직 사진이다. 화합물층의 두께는 펄스비가 높을수록 증가하는 것을 알 수 있다. 주파수가 6666.7Hz일 때, 펄스비가 0.3일 경우 3.5μm 두께의 화합물층이 형성되었고, 펄스비가 0.9일 경우, 10μm 두께의 화합물층으로 성장하였다 (Fig. 3). 펄스비에 따른 화합물층의 두께변화는 펄스 휴지시간과 화합물층 형성에 기여하는 활성종들의 평균수명과 연관시킬 수 있다. 질소분자 N₂성분, 질소분자이온 N₂⁺성분의 활성종들의 평균수명 (life time)은 대략 수 십 μs 정도로 알려져 있는바⁹⁾, 휴지시간이 그 보다 짧을 경우 (높은 펄스비) DC와 유사한 특성을 보인다. 휴지시간이 평균수명보다 긴 경우 (낮은 펄스비), 플라즈마의 휴지시간으로 인한 활성종들의 밀도가 감소하여 질화처리의 속도가 감소하여 화합물층의 두께가 얇은 것으로 사료되어진다.¹⁰⁾

Fig. 4는 펄스인자에 따른 표면경도 변화를 보여주고 있다. 펄스비가 감소함에 따라 표면 경도가 낮아지는 것을 확인할 수 있다. 펄스비가 높은 경우에는 주파수의 변화에 따라 경도값의 변화가 큰 것을 볼 수 있으나, 펄스비가 낮은 경우에는 주파수의 변화에 따라 경도값이 크게 변화하지 않음을 볼 수 있다. 동일한 주파수에서 낮은 펄스비에 비하여 펄스비가 높을수록, 플라즈마 휴지시간이 활성종들의 평균수명보다 짧아서 화합물층의 성장속도가 빠르다. 즉 휴지시간이 활성종들의 평균수명보다 길 경우에 주파수에 관계없

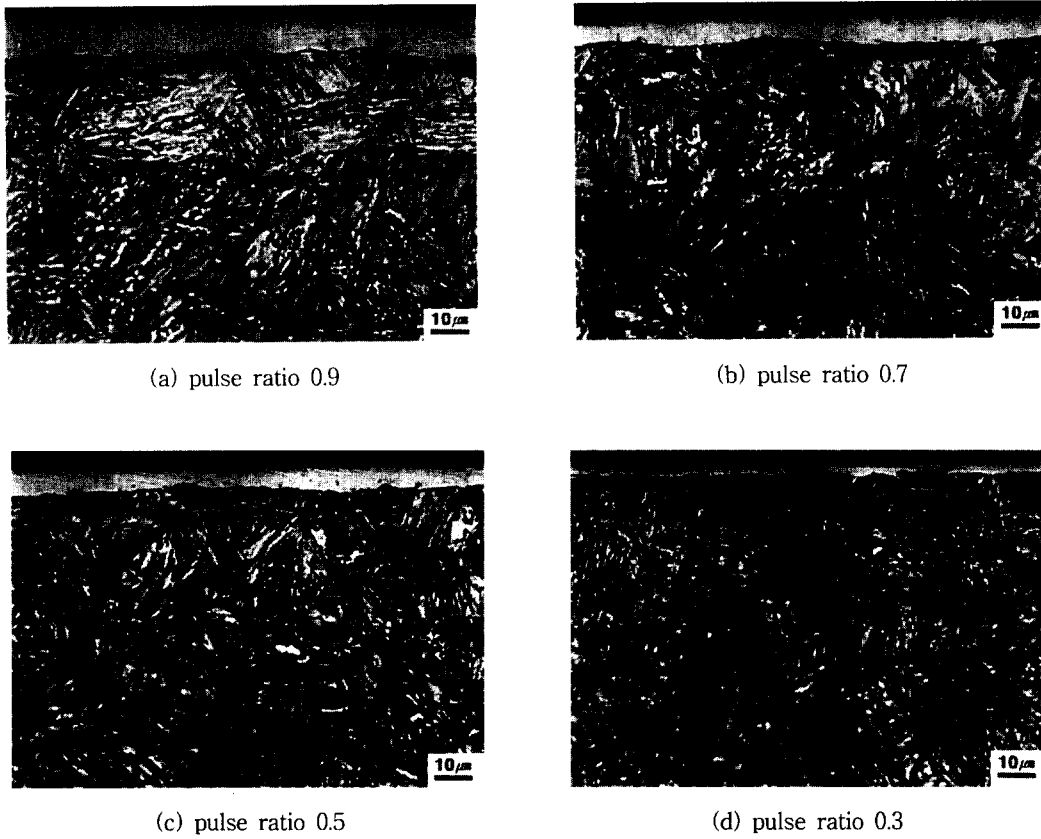


Fig. 2. Micrographs showing the nitrided layer of the pulsed plasma nitrided SCM435 steel with various pulse ratio. (a) pulse ratio 0.9 (b) pulse ratio 0.7 (c) pulse ratio 0.5 (d) pulse ratio 0.3

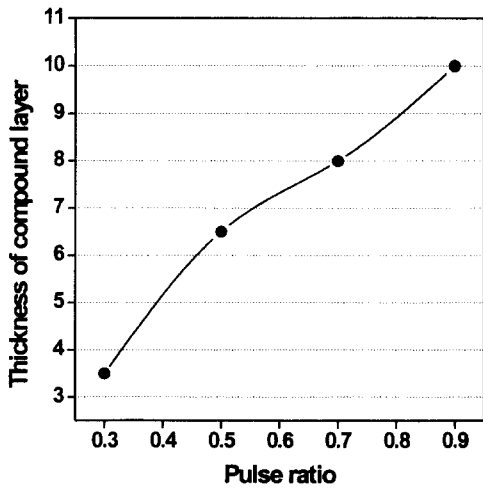


Fig. 3. Thickness of compound layer of the pulsed plasma nitrided SCM435 steel at fixed frequency 6666.7Hz with various pulse ratio.

이 활성종들의 밀도가 감소하여 질화처리의 속도가 감소한다.

수직 단면의 깊이 에 따른 확산층의 두께 (Hv0.1 400이상의 경도값을 갖는 지점) 를 통해 본 펄스에 의한 영향은 확산층의 깊이는 대략적으로 200~300µm 정도를 가진다. 펄스비를 일정하게 유지시 주파수가 감소할수록 확산층의 두

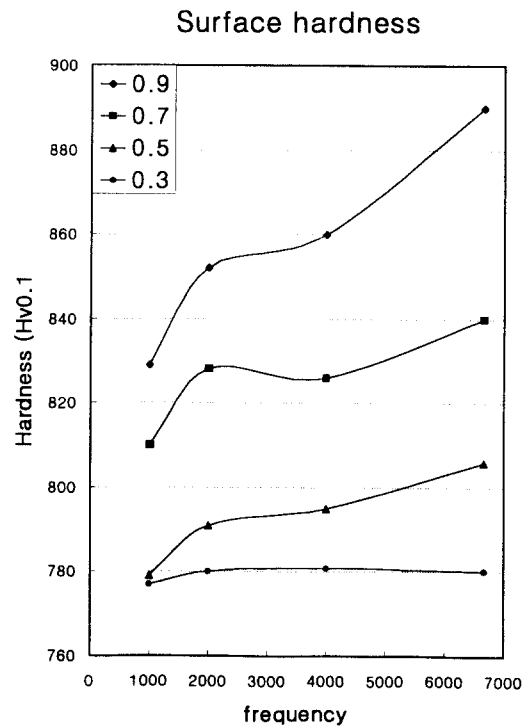


Fig. 4. Effect of the pulse conditions on surface hardness of plasma nitrided SCM435 steel.

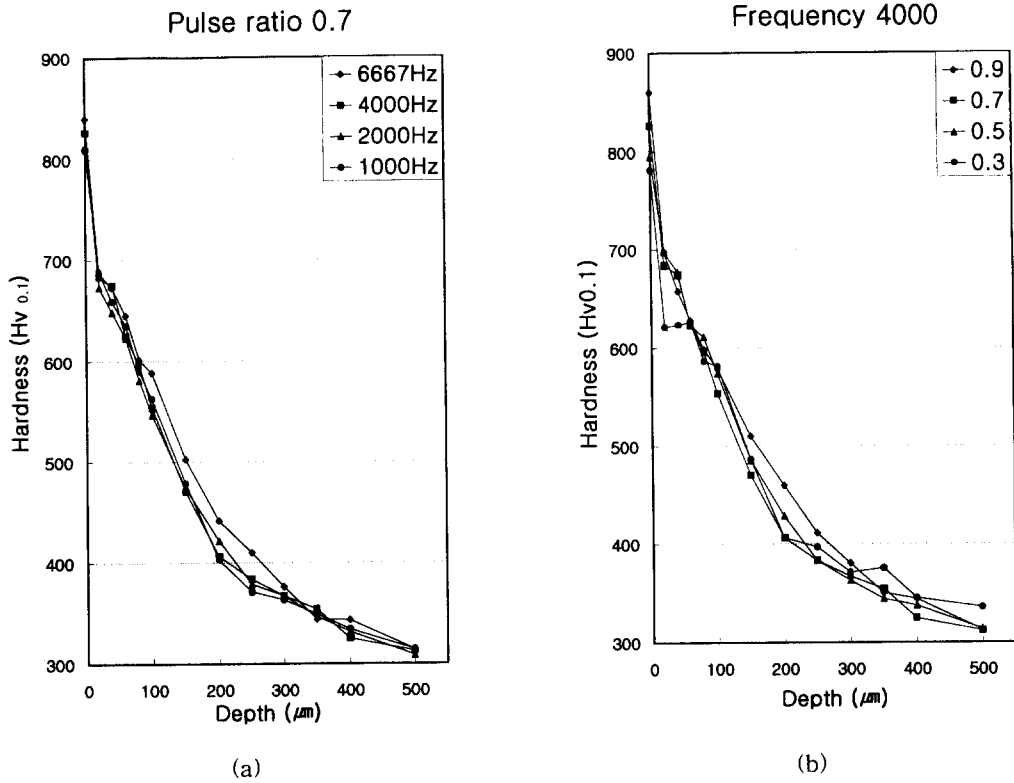


Fig. 5. (a) Microhardness of the pulsed plasma nitrided SCM435 steel at fixed pulse ratio 0.7 with various frequency. (b) Microhardness of the pulsed plasma nitrided SCM435 steel at fixed frequency 4000Hz with various pulse ratio.

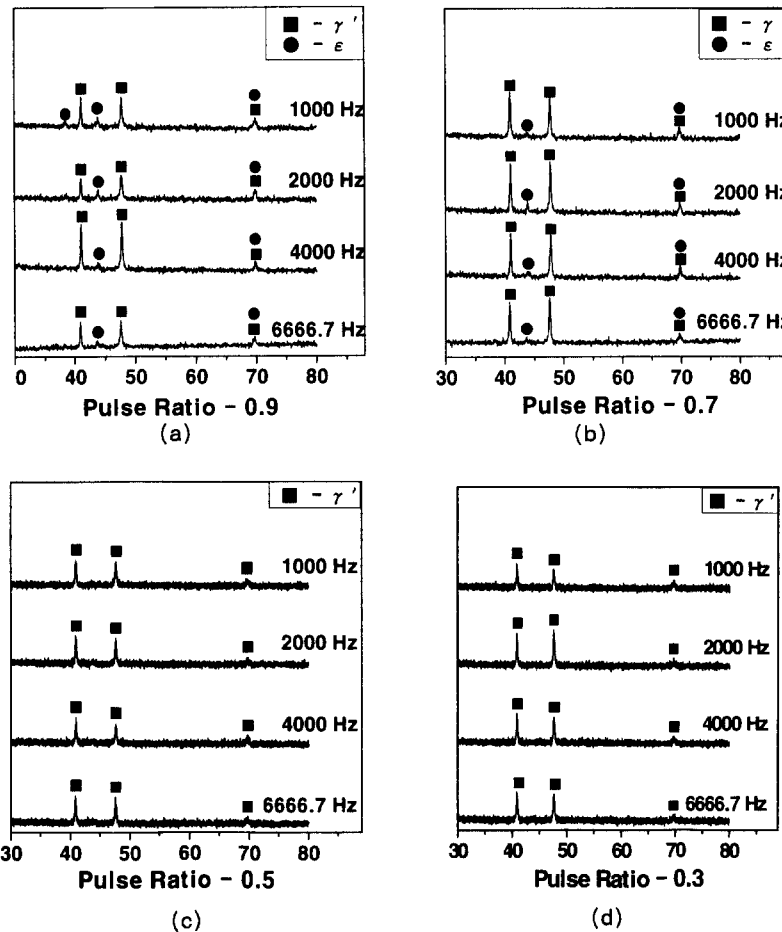


Fig. 6. X-ray Diffraction patterns of plasma nitrided SCM435 steel with various pulse conditions. (a) pulse ratio 0.9 (b) pulse ratio 0.7 (c) pulse ratio 0.5 (d) pulse ratio 0.3

계가 감소하고, 주파수를 일정하게 유지시 펄스비가 감소할수록 확산층의 두께가 감소하는 경향을 보인다 (Fig. 5).

X선 회절 분석 결과를 보면 모든 처리 조건에서 대부분의 상이 γ -Fe₄N이 나타나며, 미량의 ϵ -Fe₂₋₃N상이 관찰된다 (Fig. 6). 이 data를 볼 때, 본 실험 범위내의 펄스인자 (pulse ratio, frequency)는 화합물층의 상에 영향을 미치지 않는 것으로 판단되어진다.

4. 결 론

본 연구에서는 SCM435강을 펄스 플라즈마 질화처리를 하였을 때 펄스인자 (pulse ratio, frequency) 변화에 따른 질화 특성을 고찰하였다.

펄스 플라즈마 질화시 펄스비가 감소할수록 화합물층의 두께와 표면경도가 감소하는 것을 볼 수 있으며, 낮은 펄스비에 비하여 높은 펄스비에서, 화합물층의 두께와 표면경도는 주파수가 감소함에 따라 더 급격히 감소하였다.

한편 화합물층 내 질화물로는 대부분의 상이 γ -Fe₄N이 나타났으며, 매우 작은 양의 ϵ -Fe₂₋₃N상이 관찰되었다.

감사의 글

본 연구는 과학기술부·한국과학재단 지정, 부산광역시 지원 지역협력연구센터인 동의대학교 전자세라믹스연구센

터의 지원과 1999년도 동의대학교 학술연구비지원에 의해 수행된 것입니다.

참 고 문 헌

1. Steffen Hoppe, Surf. Coat. Tech., **98**, 1199 (1998).
2. B. Podgornik, V. Vizintin, V. Leskovsk, Surf. Coat. Tech., **108-109**, 454 (1998).
3. K.-T. Rie, Surf. Coat. Tech., **112**, 56 (1999).
4. C. Alves Jr., J.A. Rodrigues, A. E. Martinelli, Surf. Coat. Tech., **122**, 112 (1999).
5. K.-T. Rie, E. Broszeit, Surf. Coat. Tech., **76-77**, 425 (1995).
6. K.-H. Bae, "PLASMA/ION Nitriding Heat Treatment", p.15, Dan-Gun, Kor. (1996).
7. G.-H. Jeong, B.-Y Jeong and M.-H. Kim, J. Kor. Inst. Met. and Mater. **37** (2), 220 (1999).
8. G.-H. Jeong, B.-Y Jeong and M.-H. Kim, J. Kor. Inst. Met. and Mater. **37** (4), 482 (1999).
9. G. Henrion, R. Hugon, M. Fabry, V. Scherentz, Surf. Coat. Tech., **97**, 729 (1997).
10. J. Bougdira, G. Henrion, M. Fabry, M. Remy and J.R. Gussenot, Mater. Sci. Eng., **A139**, 15 (1991).