

STD 11강의 마모특성에 미치는 서브제로처리의 영향

홍영환 · 송 건

수원과학대학 신소재응용과

Effect of Cryogenic Treatment on Wear Resistance of STD 11 Steel

Young Hwan Hong and Keun Song

Dept. of Application of Advanced Materials, Suwon Science College, Gyeonggi 445-742, Korea

Abstract Effects of cryogenic treatment and tempering temperature on the amount of retained austenite, hardness and wear properties has been investigated using alloy tool steel, STD 11. Cryogenic treatments were performed at the temperatures of -100°C , -150°C and -196°C , and tempering were performed at 200°C and 530°C . It was shown that lower hardness value was obtained on high temperature (530°C) tempering even after cryogenic treatment. And retained austenite was not entirely transformed to martensite after cryogenic treatment even at -196°C , which was not consistent with the belief that -80°C was sufficient to entirely transform any austenite retained in the quenched microstructure. Austenite retained in cryogenic treated condition was completely transformed to martensite only after tempering at 530°C . As far as wear test conditions in this investigation, it was found that cryogenic treatments improved the sliding wear resistance, but improvement of wear resistance was not directly related with retained austenite contents. And it was found that predominant wear mechanisms of STD11 steel were oxidation wear and adhesive wear in sliding wear conditions.

(Received March 20, 2003)

Key words: Cryogenic treatment, Retained austenite, STD 11, Wear resistance

1. 서 론

고탄소·고합금강을 퀴칭하면 필연적으로 잔류 오스테나이트(Retained austenite)와 잔류응력이 존재하게 된다[1-4]. 따라서 퀴칭한 강을 0°C 이하의 온도로 냉각하여 잔류 오스테나이트를 마르텐사이트화하는 서브제로처리(Cryogenic treatment)를 실시하면 잔류 오스테나이트가 마르텐사이트로 변태하므로 퀴칭경도가 증가되고, 내마모성을 향상시키며, 또한 치수 안정성을 제고시키는 등 매우 중요한 효과를 얻을 수 있다.

그리고 서브제로처리에 의해서 공구의 수명을 증가시킨다는 현장실물 시험결과에 대한 많은 보고[2-6]가 있음에도 불구하고, 이에 대한 금속학적 기구는 아직 명확하게 밝혀지지 않은 상태이다. 특히 일부 연구[7]에서는 TiN 코팅한 공구보다 서브제로처리한 공구가 더욱 수명이 향상되었다는 보고도 있다. 단지 이러한 결과를 나타내는 주요 원인은 잔류 오스테나이트의 마르텐사이트화라는 통상적인 이론과 템퍼링

시 미세 탄화물의 형성에 의해서 부가적으로 내마모성을 향상시킨다는 사실만 널리 받아들여지고 있다 [6]. 그리고 최근 Huang 등[8]의 연구에 의하면 서브제로처리시 탄소 클러스터링(Carbon clustering)이 촉진되어 이어지는 템퍼링시 탄화물의 밀도가 증가되므로서 내마모성이 향상되는 것으로 보고하고 있다.

또한 이 처리는 용접전극용 Cu합금, 소결탄화물 및 항공산업용 Al합금 주물에도 효과적이라는 사실도 알려지고 있는 바[5], 이러한 결과에 의하면 서브제로처리를 통한 공구 및 부품의 수명향상기구는 잔류 오스테나이트의 제거와 탄화물 형성 이외에 또 다른 요인이 기여하고 있다는 사실을 강하게 암시하고 있기도 하다.

그리고 서브제로처리시 처리온도, 처리시간 및 처리시기 등[7]의 공정 변수도 내마모성 향상에 영향을 미치는 것으로 알려지고 있으므로, 본 연구에서는 합금공구강인 STD 11강을 사용하여 서브제로처리 온도 및 템퍼링온도에 따른 잔류 오스테나이트량의 변화와 경도 및 마모특성에 대하여 조사하였다.

2. 실험 방법

2.1 시편 준비

본 연구에서는 냉간가공용 합금공구강재로 널리 사용되고 있는 STD11강을 재료로 사용하였고, 마모시험편은 두께 5 mm인 판재를 직경 55 mm의 디스크 형으로 가공하여 준비하였다. Table 1은 사용된 강재의 화학조성을 나타낸 것이다.

Table 1. Chemical Composition of STD11 used in this study

Elements	C	Mo	V	Cr	Fe
wt.%	1.55	0.8	0.9	11.5	bal.

2.2 열처리 공정

Fig. 1은 본 연구에서 실시한 열처리공정을 나타낸 것이다. 퀴칭에 사용된 열처리로는 400×400×500 mm의 내용적을 갖는 진공열처리로(Centorr社製)이었고, 퀴칭열처리 공정은 830°C에서 30분간 예열처리를 한 후, 1020°C에서 30분간 유지하여 오스테나이트화 처리를 실시하였다. 그리고 곧 바로 액체질소를 기화시켜 분사함으로써 진공열처리로 내에서 직접 냉각을 실시하였다.

퀴칭이 끝난 후 곧바로 액체질소를 이용하여 서브제로처리를 실시하였다. 이 때 액체질소의 유입 속도를 제어하여 서브제로처리 온도가 -100°C, -150°C, -196°C로 유지되도록 하였으며, 유지시간은 1시간으로 하였다. 서브제로처리로서 1시간 유지한 후 상온까지의 해동은 50°C 정도의 물속에서 투입하여 급속해동(up-hill quenching)을 시켰다.

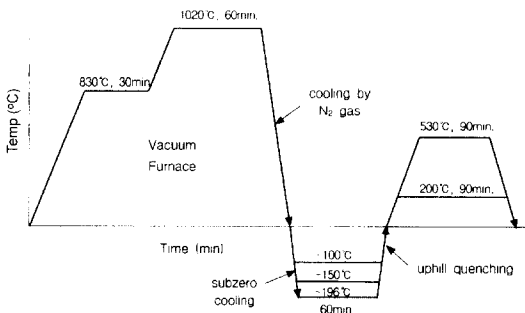


Fig. 1. Heat treatment cycle.

서브제로처리를 행한 시료와 서브제로처리를 실시하지 않고 퀴칭만을 행한 시료를 모두 200°C와 530°C에서 템퍼링하였으며, 템퍼링온도에서는 90분간 유지시킨 후 공랭하였다.

2.3 현미경조직 관찰

열처리된 시료를 SiC도포 연마지를 이용하여 연마한 후, 0.05 μm의 알루미나 분말로 미세연마까지 행한 다음 광학현미경을 이용하여 200배, 500배로 미세조직을 관찰하였다.

2.4 잔류 오스테나이트 분석

퀴칭열처리한 시편과 퀴칭후 200°C, 530°C에서 템퍼링한 시편, 그리고 각 온도에서 서브제로처리 후 템퍼링한 시편에 대하여 X-선회절 분석기를 이용하여 잔류 오스테나이트량을 분석하였다. 이 때 사용된 X-선 target은 Cr이었고, 튜브의 전압은 25 KV, 전류는 5 mA이었다. 그리고 분석된 결과는 탄화물량이 무시된 결과이다.

2.5 마모시험

서브제로처리에 의한 STD11강재의 마모특성의 변화를 알아보기 위해 ball-on-disc 형태의 마모시험기를 이용하였다. 상대재료는 직경 8 mm의 AISI 52100 볼과 1/4인치의 Al₂O₃ 볼을 사용하였고, 대기 중에서 무윤활 조건으로 시험하였다. 또한 마모시험 동안의 마찰력의 변화를 로드-셀을 이용하여 연속적으로 측정하여 마모시험 동안의 동마찰계수를 구하였다. 마모시험의 조건은 아래의 Table 2에 나타낸 바와 같다.

한편 마모시험의 전후에 시편의 무게를 측정하여 마모량을 계산하였고, 마모량을 하중 및 총 마찰거리로 나눈 값을 마모율로 나타냈으며, 마모면의 관찰을 통해 마모기구를 규명하고자 하였다.

Table 2. Wear test conditions used in this study

Applied Load	1 kgf, 2 kgf
Sliding Velocity	0.2 m/s, 0.4 m/s
Sliding Distance	17.28 km, 34.56 km, 86.40 km
Environment	dry contact, air, room temperature

3. 결과 및 고찰

3.1 미세조직 관찰

Fig. 2는 1020°C에서 퀴칭한 후, 530°C에서 1차 템퍼링하고, 200°C에서 2차 템퍼링한 조직을 나타낸 것이다. 나이탈로 에칭시 어둡게 부식된 것으로 보아 충분히 템퍼링된 상태라고 보여진다. 그리고 사진에 흰색의 입자로 나타나는 미용해 1차 탄화물이 널리 분포되어 있고, 그 크기도 비교적 불균일하게 나타나 있기는 하지만, 본 연구에서 사용된 STD11강에서는 1차 탄화물이 단신방향으로 정렬되어 있다거나, 밴드 조직(Band structure)을 나타내고 있지는 않다.

만일 1차 탄화물이 단신방향으로 정렬되거나 밴드

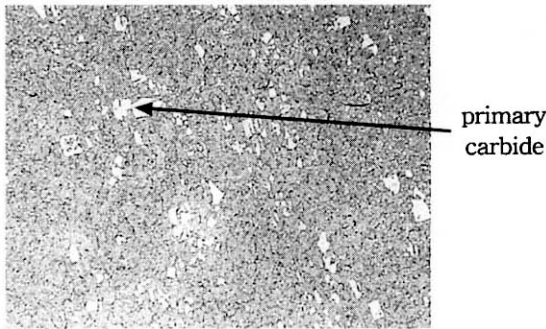


Fig. 2. Optical Micrograph of STD 11 quenched at 1020°C and double tempered at 530°C and 200°C (×200).

조직을 형성하면 여러 가지 기계적 성질의 이방성이 나타나는 문제가 있을 뿐만 아니라, 치수변화의 이방성이 나타나서 금형을 제작 후 열처리시 길이방향과 폭방향의 치수변화량을 예측하지 못하게 하는 커다란 문제점을 발생시키게 된다. 따라서 금형의 여러 가지 특성에 대한 이방성을 없애고, 치수 안정성을 확보하기 위해서는 이 1차 탄화물의 정렬상태가 매우 중요하다.

3.2 경도시험결과

Table 3은 여러 가지 열처리조건에 따른 경도시험 결과로서, 1020°C에서 1시간 유지한 후 퀴칭경도는 HRC=60.3을 나타냈다. 그런데 서브제로처리한 후의 경도값은 HRC=62.2~62.8이 얻어졌는데, 이것은 퀴칭경도보다 약 2 정도 이상 높은 값이다.

그런데 서브제로처리후 200°C에서 템퍼링하면 대략 HRC=60 이상의 경도값을 유지하고 있으나, 서브제로처리후 530°C에서 고온템퍼링하면 경도는 재차 저하되어 단순히 퀴칭-고온템퍼링한 강재의 경도와 유사한 값을 갖게 된다.

즉, 이것으로부터 알 수 있는 사실은 템퍼링 처리 후의 경도값은 그 전의 서브제로처리의 유무에 관계 없이 템퍼링 처리온도와 밀접하게 관계된다는 것이다. 따라서 템퍼링 후에 높은 경도값을 갖게 하기 위해서는 서브제로처리 후 저온템퍼링하는 것이 가장 바람직한 공정이라고 사료된다.

Table 3. Hardness test result

Quenched (1020°C, 1 hr)	Subzero treated		Tempered		Nomenclature Followed
	Conditions	Hardness (HRC)	Conditions	Hardness (HRC)	
60.3	None		200°C(double)	58.5	QT2
			530°C → 200°C	57.7	QT5
	-100°C	62.8	200°C	61.3	SZ1002
			530°C	56.3	SZ1005
	-150°C	62.2	200°C	60.3	SZ1502
			530°C	56.9	SZ1505
	-196°C	62.8	200°C	61.1	SZ1962
			530°C	55.6	SZ1965
	-196°C	62.8	200°C ^{a)}	60.3	SZ19623
			530°C ^{b)}	53.5	SZ19653

a) Triple tempering at 200°C after cryogenic treatment at -196°C.

b) Triple tempering at 530°C after cryogenic treatment at -196°C.

3.3 잔류 오스테나이트 분석결과

Table 4는 여러 가지 열처리 조건에 따른 잔류 오스테나이트량을 X-선회절 분석 방법에 의해서 정량적으로 나타낸 것이다. QT2의 결과에서 보면 200°C에서 템퍼링 처리를 2회 반복(double tempering) 실시해도 잔류 오스테나이트의 제거에는 영향을 미치지 못하는 것을 알 수 있다. 반면에 QT5의 결과에서 볼 수 있듯이 1차템퍼링 온도를 530°C로 상승시키면 잔류 오스테나이트량이 현저하게 감소되는 것을 알 수 있다.

한편 서브제로처리가 잔류 오스테나이트를 제거하는 데에는 매우 현저한 영향을 미치지만, SZ1002, SZ1502, SZ1962의 결과에서 알 수 있듯이 -196°C에서 서브제로처리후 200°C에서 템퍼링처리를 실시해도 잔류 오스테나이트를 완전히 제거하지는 못했다. 이 사실은 -80°C 정도에서 서브제로처리를 실시하면 잔류 오스테나이트를 완전히 마르텐사이트화 하기에 충분하다는 기존의 결과[5]에 다소 일치하지 않는 것을 보여 주는 것이다.

특히 SZ1005, SZ1505, SZ1965의 분석결과에서 알 수 있는 중요한 사실은 어떤 온도에서 서브제로처리를 실시했건 간에 서브제로처리후 530°C 1차 템퍼링만으로 잔류 오스테나이트가 완전히 제거되었다는 것이다. 이것은 잔류 오스테나이트의 마르텐사이트화를 위해서는 서브제로처리후 고온템퍼링이 수반되어야만 한다는 사실을 나타내 주는 것이다. 따라서 금형에 적용시, 경도보다는 사용중의 치수변화가 더욱 문제시 되는 금형에서는 고온템퍼링의 채택이 필수불가결한 공정이라 사료된다.

한편 Table 4에서 QT2가 As-quenched 상태보다

Table 4. Retained austenite data

Heat Treatment Conditions	Retained Austenite (%)
As-Quenched	25.2
QT2	29.3
QT5	5.5
SZ1002	11.5
SZ1005	0
SZ1502	8.7
SZ1505	0
SZ1962	8.5
SZ1965	0
SZ19623	6.1
SZ19653	0

잔류 오스테나이트 양이 많게 나온 것은 서로 다른 시편을 사용하여 측정함에 따른 오차이다.

3.4 마모시험 결과

Fig. 3은 알루미늄 볼을 상대재로 시험하였을 경우의 열처리 조건에 따른 잔류 오스테나이트의 량과 마모율의 변화를 나타낸 것이다. 서브제로처리를 한 시편이 서브제로처리를 하지 않은 시편보다는 약 15% 정도의 내마모성이 향상되는 것으로 나타나고 있으나 마모율과 잔류 오스테나이트의 량과는 직접적인 관계가 없는 것으로 나타나고 있다. 이 같은 결과는 서브제로처리에 의한 내마모성의 향상효과가 단순히 잔류 오스테나이트의 감소에 따른 경도의 향상효과로만 설명할 수는 없다는 것을 말해주는 결과이며, 또한 약 15% 정도의 내마모성 향상효과는 내마모성이 300~500% 증가한다는 기존의 다른 문헌의 보고[5]와는 큰 차이가 있는 결과이다.

서브제로처리에 의한 내마모성의 향상효과에 이 같은 차이가 발생하는 이유는 기존의 문헌에서 행한 마모시험은 연삭용 지석을 사용한 것에 반하여 본 연구에서는 경면의 알루미늄 볼을 사용했기 때문에 나타나는 마모기구의 차이에 의한 것으로 사료된다. 즉, 기존의 연구는 연마석을 이용한 연삭마모에 대한 내성으로서의 내마모성을 평가한 반면에 본 연구에서는 경면 가공된 알루미늄 볼을 이용함으로써 Fig. 4에 나타난 바와 같이 연삭마모보다는 응착마모와 산

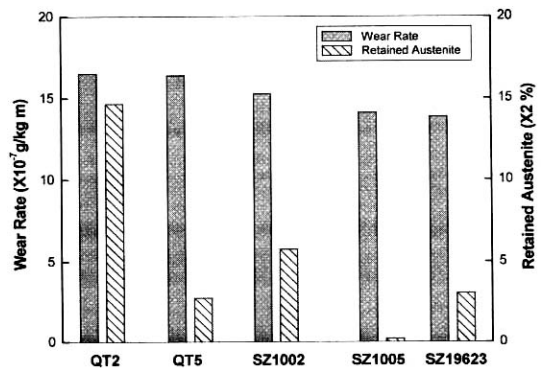


Fig. 3. Comparison of wear rates in accordance with retained austenite and heat treatment condition of STD11 steel (Counterpart: Al₂O₃ ball, sliding velocity: 0.4 m/s, applied load: 2.0 kgf, sliding distances: 34.56 km, lubrication: dry condition).

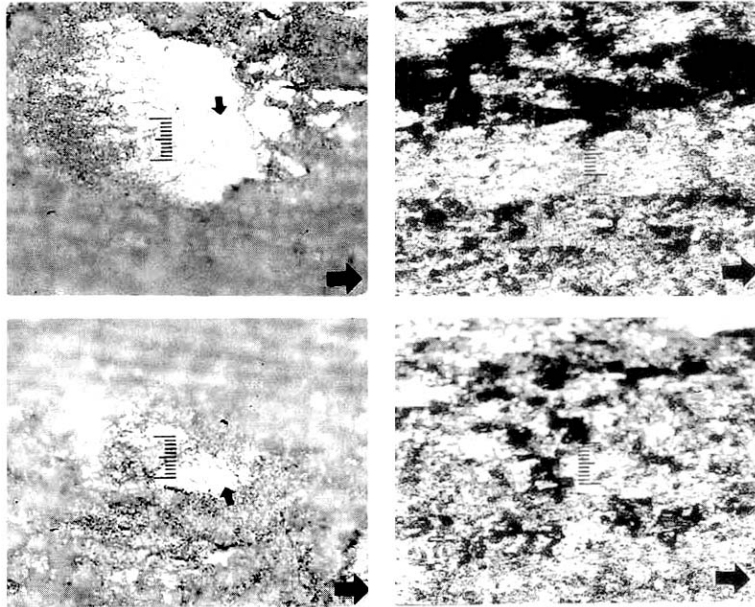


Fig. 4. Worn surfaces of QT2, SZ1962 and their Al_2O_3 counter part (Large arrow indicates sliding direction of counter part. sliding velocity: 0.4 m/s, applied load: 2.0 kgf, sliding distances: 34.56 km, lubrication: dry condition).

화마모가 주된 마모기구로 나타나고 있어, 응착마모 및 산화마모에 대한 내마모성이 평가되었기 때문에 사료된다.

Fig. 4의 (a) 및 (c)는 상대재인 알루미늄이나 볼의 마모면을 관찰한 결과이다. 사진에는 금속표면으로부터 응착에 의해 상대재인 알루미늄의 표면으로 전이 부착되었던 전이부착층(transferred layer)이 다시 디스크의 표면으로 역부착하고[9], 또 다시 알루미늄의 표면으로 재부착하는 반복 과정에 의해 형성된 금속과 알루미늄의 혼합 부착층이 관찰된다. 이 사진 중의 작은 화살표는 부착의 반복과정 중에 반복응력에 의해 형성된 커다란 금속성의 마모입자가 혼합 부착층에 박혀있는 모습을 나타낸 것이다.

한편 이와 같은 부착·역부착의 응착과정 중에 마찰열에 의한 산화가 발생하여, 산화피막이 형성된다. 이렇게 형성된 산화피막이 치밀하게 되고 기지조직이 상대재를 충분히 지지할 수 있다면 형성된 산화피막이 응착을 방해하여[10] 마찰계수를 줄이는 결과를 가져올 수도 있다. Fig. 4의 (b) 및 (d)에도 이러한 응착마모와 산화마모에 의한 표면의 손상을 볼 수 있으므로, 상대재에 응착되어 파괴되는 것에 대한 저항성이 내마모성을 향상시키는 요인으로 생각할 수

있다. 일반적으로 분산된 강화상이 미끄럼 마모에 있어서 응착을 방해한다는 보고[11]와 서브제로처리에 의한 내마모성의 향상은 기지조직에 균일하고 많이 분산된 γ 탄화물의 생성이 그 이유라는 보고[8]와 같이 본 실험에서도 서브제로처리에 의해 미세하게 형성되는 탄화물의 양이 증가하여 응착마모에 대한 저항성이 증가하는 것으로 사료된다. 한편 응착마모의 양이 적다면 마찰력에 기여하는 응착부위의 전단저항도 적어지므로 당연히 마찰계수가 낮게 나타날 것이며, 이 같은 결과는 Fig. 5에 나타낸 마모시험 동안의 동마찰계수의 변화에서도 확인할 수 있다.

AISI 52100 강구를 상대재로 사용했을 때에도 비슷한 결과가 나타나고 있으며, 이를 Fig. 6에 나타냈다. 서브제로처리한 경우가 서브제로처리를 하지 않은 경우보다 약 30% 정도의 내마모성이 향상된 것으로 나타났지만, 이 같은 내마모성의 향상도 기존 연구의 결과와는 많이 다른 것이다. 이 같은 결과의 차이는 Fig. 7에 나타낸 바와 같이 상대재를 강으로 하여도 STD 11강재의 미끄럼 마모기구는 응착마모 및 산화마모가 주된 마모기구로 나타나고 있어, 연삭마모가 주된 마모기구인 기존 연구결과와의 마모기구의 차이에 의한 것으로 사료된다.

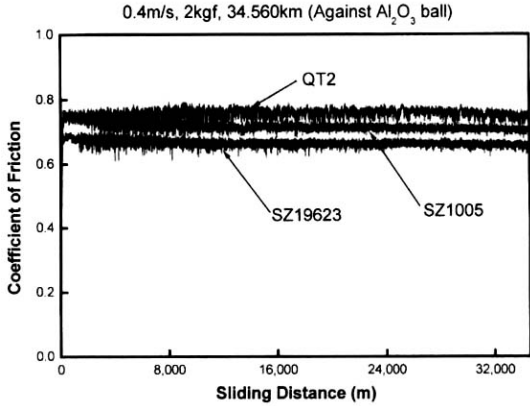


Fig. 5. Variation of dynamic coefficient of friction in accordance with heat treatment condition of STD11 steel (Against: Al_2O_3 ball, sliding velocity: 0.4 m/s, applied load: 2.0 kgf, sliding distances: 34.56 km, lubrication: air, dry condition).

Fig. 7에 나타난 마모면의 관찰 결과도 응착에 의한 전이부착층이 형성되고, 마찰열에 의한 이들의 산화가 가속되어 표면층에 산화물이 형성되고 반복되는 응력과 응착에 의해 이들의 파괴가 일어나는 전형적인 산화마모와 응착마모가 일어난 것을 알 수 있다. Fig. 7의 (a)는 상대재로 사용된 AISI 52100 강재

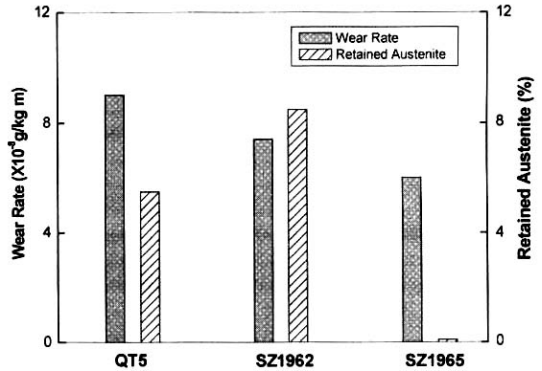


Fig. 6. Comparison of wear rates in accordance with retained austenite and heat treatment condition of STD11 steel (Counterpart: AISI52100 steel ball, sliding velocity: 0.2 m/s, applied load: 1.0 kgf, sliding distances: 86.40 km, lubrication: dry condition).

의 표면에 형성된 전이부착층이 마찰응력과 마찰열에 의해 산화된 모습을 나타낸 것이다. (c)에는 디스크로 사용된 STD 11강재의 마모면을 나타낸 것으로 상대재와 마찬가지로 전이부착층이 형성된 것을 알 수 있다. 하지만 상대재(steel 볼)에는 비교적 얇은 전이부착층이 넓게 퍼져있는데 반하여 디스크의 전이부착층은 부분적으로 형성되어 있음을 알 수 있다.

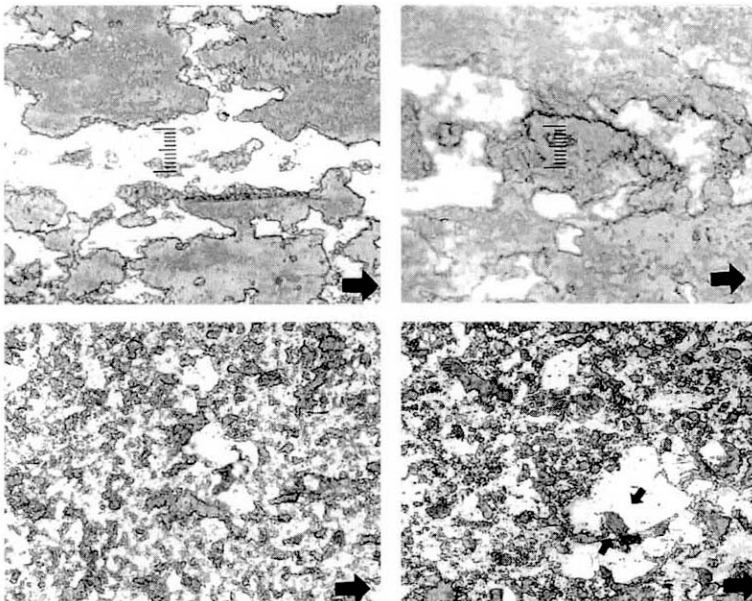


Fig. 7. Worn surfaces of QT5, SZ1965 and their AISI52100 counter part (Large arrow indicates sliding direction of counter part, sliding velocity: 0.2 m/s, applied load: 1.0 kgf, sliding distances: 84.6 km, lubrication: dry condition).

이는 상대재는 마모시험 동안에 계속적으로 디스크와 접촉하고 있으므로 마찰열의 발생을 계속 수용하므로 전면적으로 산화가 일어나는 반면에 디스크는 주기적으로 상대재와 접촉하기 때문에 마찰열에 의한 표면의 온도상승이 지속적이지 않기 때문인 것으로 사료된다. 이 같은 경향은 서브제로처리를 한 시편으로 마모시험을 한 (b) 및 (d)의 사진에서도 마찬가지로 나타나고 있다. 그러나 형성되는 전이부착층의 절대량이 서브제로처리를 하지 않은 시료의 그것보다는 약간 적게 나타나고 있음을 알 수 있다.

또한 (d)의 작은 화살표로 나타낸 것은 부착-역부착의 기구에 의해 형성된 마모입자(이들의 경도는 가공경화로 인해 기지조직의 경도보다 높게 된다)가 연삭입자로 작용하고 있는 모습을 나타낸 것으로, 상대재에 부착되었던 마모입자들이 STD11 강재의 표면을 긁을 때에 서브제로처리를 한 강재의 표면에서 이들 연삭작용에 대한 저항을 나타내고 있는 모습이다.

4. 결 론

STD 11강재를 서브제로처리하여 200°C와 530°C에서 템퍼링한 후 경도시험, 잔류 오스테나이트 분석 및 마모시험을 행한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 서브제로처리하여 템퍼링한 후의 경도값은 서브제로처리보다는 템퍼링온도에 더욱 크게 영향을 받았다.
2. 예상과는 달리 -196°C에서 서브제로처리하여도

잔류 오스테나이트는 완전히 제거되지 않았고, 서브제로처리 후 필히 530°C 고온템퍼링을 실시해야만 잔류 오스테나이트는 완전히 제거되었다.

3. 본 연구에서 실시한 미끄럼 마모시험 조건하에서 서브제로처리에 의해 15%~30% 정도의 내마모성 향상효과가 나타났으며, 내마모성과 잔류 오스테나이트의 량과는 직접적인 관계가 없는 것으로 나타났다.

4. 미끄럼 마모시험의 결과에 의하면 STD 11강의 미끄럼마모시 주된 마모기구는 응착마모 및 산화마모인 것으로 나타났다.

참고문헌

1. R. F. Barron: Cryogenics, Cryo-tech, Heat Treating, (1974) 6.
2. 大和久重雄: “金型の熱處理ノト”, 日刊工業新聞社, (1991) 55.
3. 大和久重雄: “ハイスの熱處理ノト”, 日刊工業新聞社, (1993) 128.
4. W. E. Bryson: “Cryogenics”, Hanser Gardner Publications, (1999) 1.
5. B.O.B : Metallurgia, Vol. 56, No. 4(1989) 178.
6. A. Molinari *et al.*: J. Materials Processing Technology, 118 (2001) 350.
7. D. Mohan Lal *et al.*: Cryogenics, 41 (2001) 149.
8. J. Y. Huang *et al.*: Mater. Sci. Eng., A339 (2003) 241.
9. F. Hayama *et al.*: “鑄研報告” No.3 (1982) 73.
10. J. Halling : “Principles of Tribology” The MacMillan Press LTD (1983) 107.
11. K.H. Zum Gahr: “Microstructure and Wear of Materials” Elsevier (1987) 421.