한국동력기계공학회지 제9권 제1호 pp.76~81 2005년 2월

Fe-Cr-Mn-X계 합금의 감쇠능 및 플라즈마 이온 질화특성에 미치는 합금원소의 영향 [II 플라즈마 이온 질화특성]

The Effect of Alloy Elements on the Damping Capacity and Plasma Ion Nitriding Characteristic of Fe-Cr-Mn-X Alloys. [II Plasma Ion Nitriding Characteristic]

손동욱 · 이해후 · 성장현 · 박규섭 · 김창규 · 강창룡
D. U. Son, H. H. Lee, J. H. Seong, K. S. Park, C. K. Kim and C. Y. Kang

Key Words : Damping Alloy(제진합금), Plasma Ion Nitriding(플라즈마 이온 질화), Compound and Diffusion Layer(화합물 및 확산층), Case Depth(경화깊이), Wear Resistance(내마모)

Abstract : The effect of micro-pulse plasma nitriding temperature and time on the case thickness, hardness and nitride formation in the surface of Fe-12Cr-22Mn-X alloy with 3% Co and 1% Ti alloys elements investigated. External compound layer and internal diffusion layer was constituted in plasma nitride case of Fe-12Cr-22Mn-X alloys and formed nitride phase such as γ'-Fe4N and ε-Fe2-3N. Case depth increased with increasing the plasma nitriding temperature and time. Surface hardness of nitrided Fe-12Cr-22Mn-X alloys obtained the above value of Hv 1,600 and case depth obtained the above value of 45μm in Fe-12Cr-22Mn-3Co alloy and 60μm in Fe-12Cr-22Mn-1Ti alloy. Wear-resistance increased with increasing plasma nitriding time and showing the higher value in Fe-12Cr-22Mn-1Ti alloy than Fe-12Cr-22Mn-3Co alloy.

1. 서 론

소음과 진동은 인간에게 심리적 불안감, 난청 등과 같은 질병을 유발시킬 뿐만 아니라, 정밀기기의 정밀도 저하, 부품의 조기 피로파괴 등과 같은 많은 문제를 야기하고 있다[1]. 따라서 최근에는 이와 같은 소음과 진동에 관한 사회적 관심이 고조되어 가면서 이에 대한 법적규제도 점차 강화되고 있기 때문에 소음과 진동을 방지하기 위한 다양한 방법이 개발되고 있다[2].

지금까지 개발되어 이용되고 있는 방법으로서는 여러 방법이 있지만, 그 중 material damping법은 그 재료가 지니고 있는 내부마찰을 이용하는 방법으로써 높은 내부마찰을 갖는 금속재료를 소음과 진동원에 적용시켜 소음과 진동을 방지하기 때문에 효과가 대단히 큰 방법으로 알려져 있다. 따라서 최근에는 제 특성이 우수한 제진합금을 개발하여 소음과 진동원에 적용하기 위한 연구가[3-7] 활발히 진행되고 있다.

한편 제진합금을 소음과 진동이 발생되는 여러 부위의 부품에 적용하기 위해서는 그 부품이 요구하는 제 성질을 만족시켜야 한다. 예를 들어 제진합금을 수송기기의 엔진 부재인 기어나 산업용 기어 또는 금속과 금속간의 마찰에 의해 소음과 진동이 발생되는 부품 등에 사용하기 위해서는 우수한 감쇠능 외에도 내마모성이 있어야 한다. 제진합금에서 내마모성을 위한 유효한 표면 경화층을 얻을 수 있는 방법으로서는 침탄, 질화 및 침, 질탄처리 등 여러 방법이 있지만, 이러한 방법 중 가장 이상적인 방법은 감쇠능에 큰 영향을 미치는 ε 마르텐사이트의 소실을 가능한 적게 하면서 표면 경화층을 얻을 수 있는 방법이어야 하며, 그러한 방법으로서는 플라즈마 이온 질화처리 방법이 가장 이상적인 방법이라 판단된다[8].

본 연구는 Fe-Cr-Nn계 제진합금에 유용한 표면

접수일 : 2004년 11월 11일
강창룡(책임저자) : 부경대학교 금속시스템공학과
E-mail : metkcy@pknu.ac.kr Tel : 051)620-1479
박규섭 : 요코하마국립대학 공학부 생산공학과
이해후 : 한진중공업 기술연구소
손동욱,김창규 : 부경대학교 금속시스템공학과
성장현 : 동아대학교 재료공학과

경화층을 생성시켜 금속간의 마찰 등에 의해 소음과 진동이 발생되는 부품에 적용하는데 필요한 자료를 얻기 위해 수행되었다. 즉 Fe--Cr-Mn의 화학조성에 적층결함 에너지를 낮춤으로서 감쇠능을 높이기 위해 3%의 Co를 첨가한 시료와 플라즈마 이온 질화처리 시 질화층의 생성을 용이하게 하게 위하여 1%의 Ti가 첨가된 시료를 제작한 다음 질화처리조건을 변화시킨 플라즈마 이온 질화처리를 하여 질화층의 특성을 조사하였다.

2. 시료 및 실험 방법

2.1 시료

실험에 사용된 시료는 Fe-12Cr-22Mn의 화학조성에 3% Co 및 1% Ti이 첨가된 시료를 진공 고주파 용해로에서 용해한 다음 잉곳으로 만들었다. 이를 1,200℃의 온도에서 열간 압연하여 약 10㎜ 두께의 판재로 만든 다음 각종 시료로 사용하였고, 이때 사용된 시료의 최종 화학조성을 Table 1에 나타내었다.

Table 1 Chemical composition of specimens (wt%)

Com. / Spec.	Cr	Mn	C	Si	Co	Ti	Fe
A	12.89	21.2	0.002	0.02	3	·	Bal.
B	13.1	22.1	0.002	0.02	·	1	Bal.

2.2 경화층 깊이 및 질소농도 측정

Fe-12%Cr-22%Mn에 3% Co 및 1% Ti 가 첨가된 시료를 플라즈마 이온 질화처리 한 다음, 질화층의 조직과 경화층 깊이를 주사전자현미경을 사용하여 조사하였고, 질화층의 경도 분포는 마이크로 비커스 경도 시험기를 사용하여 50g의 하중으로 표면에서 중심부로 0.1mm 간격으로 3회 측정하여 평균하여 구하였다. 한편 질화층의 질소 농도 분포는 EPMA분석기를 사용하여 Line profile 분석하여 구하였다.

2.3 플라즈마 이온 질화처리

플라즈마 이온 질화처리는 펄스 플라즈마 장치를 사용하여 실시하였다. 균일한 질화처리를 위하여 표면을 연마한 후 아세톤 중에서 초음파 세척한 다음 메탄올로 최종 세정하여 불순물을 제거하고, 건조시킨 후 질화처리를 실시하였다. 이 때의 플라즈마 이온 질화처리 조건을 Table 2에 나타내었다.

Table 2 Condition of micro pulse plasma nitriding

Parameter		Sputtering	Nitriding
Gas(ℓ/hr)	Ar	4	
	H_2	18	6.5
	N_2		19.6
	CH_4		2
	H_2S		
Pressure(mbar)		0.7	3.2
Voltage	ramp start	800	550
	ramp end	400	400
	time(sec)	400	400
Pulse time(㎲)		200	130
Pulse pause(㎲)		90	90
Holding time(hr)		2	6~12
Batch temp(℃)		450~490	450~490

2.4 마모실험

플라즈마 이온 질화처리 된 경화층의 내마모성을 측정하기 위한 마모실험은 Ogoshi식 마모시험기를 사용하여 시험하였으며, 이때 실험 방법은 직경 30㎜, 두께 3㎜의 회전원판에 판상의 시험편을 일정하중으로 밀착시켜 일정거리를 마찰하는 방법으로 실험하였다. 상대재인 회전원판의 재료로서 SKD11종의 퀜칭 및 템퍼링 처리한 재료를 사용하였고, 표면상태는 항상 일정하게 유지하여 실험하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 질화층의 미세조직

Fig.1은 Fe-12Cr-22Mn 합금에 3%의 Co 및 1%의 Ti이 첨가된 시료를 490℃에서 9시간 질화처리한 시료의 질화층 단면 조직을 주사전자 현미경으로 나타낸 것이다. 두 시료 모두 시료의 표면에 백색 화합물층과 내부의 확산층으로 구성되어 있는 경화층이 생성되고 있음을 알 수 있다. 또한 동일조건의 질화처리에서 1%의 Ti 이 첨가된 시료가 3%의 Co가 첨가된 시료보다 백색의 화합물층 및 확산층의 두께가 더 두꺼운 것을 알 수 있다.

Fig. 2는 두 시료를 Fig. 1과 같은 질화처리 후 화합물층과 확산층 및 기지금속을 XRD실험 하였을 때 얻은 회절선도를 나타낸 것이다. 두 시료가 동일하게 a)의 화합물층 및 b)의 확산층에서는 c)의 기지금속에서 존재하고 있는 오스테나이트 및 페라이트(마르텐사이트)조직 외에도 경도가 높은 γ'-Fe_4N 및 ε-$Fe_{2\,3}N$과 같은 질화물이 형성되어 있음을 알

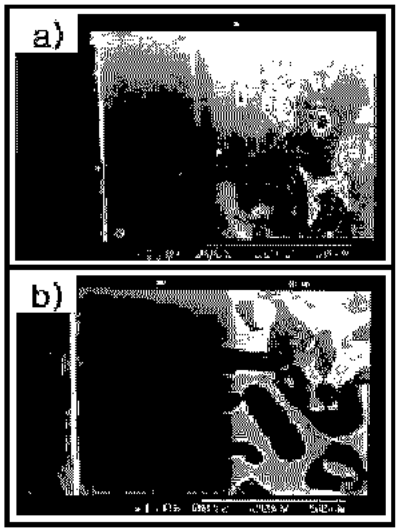

Fig. 1 SEM micrograph showing the microstructure of nitrided layer in Fe-12Cr-22Mn-X alloys treated at 490℃ for 9 hours.
a) Fe-12Cr-22Mn-3Co b) Fe-12Cr-22Mn-1Ti

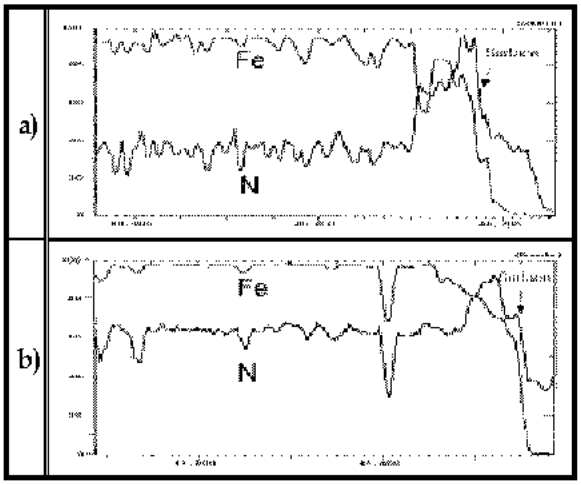

Fig. 3 EPMA line profile of N and Fe surface on cross-section of Fe-12Cr-22Mn-X alloys.
a) Fe-12Cr-22Mn-3Co b) Fe-12Cr-22Mn-1Ti

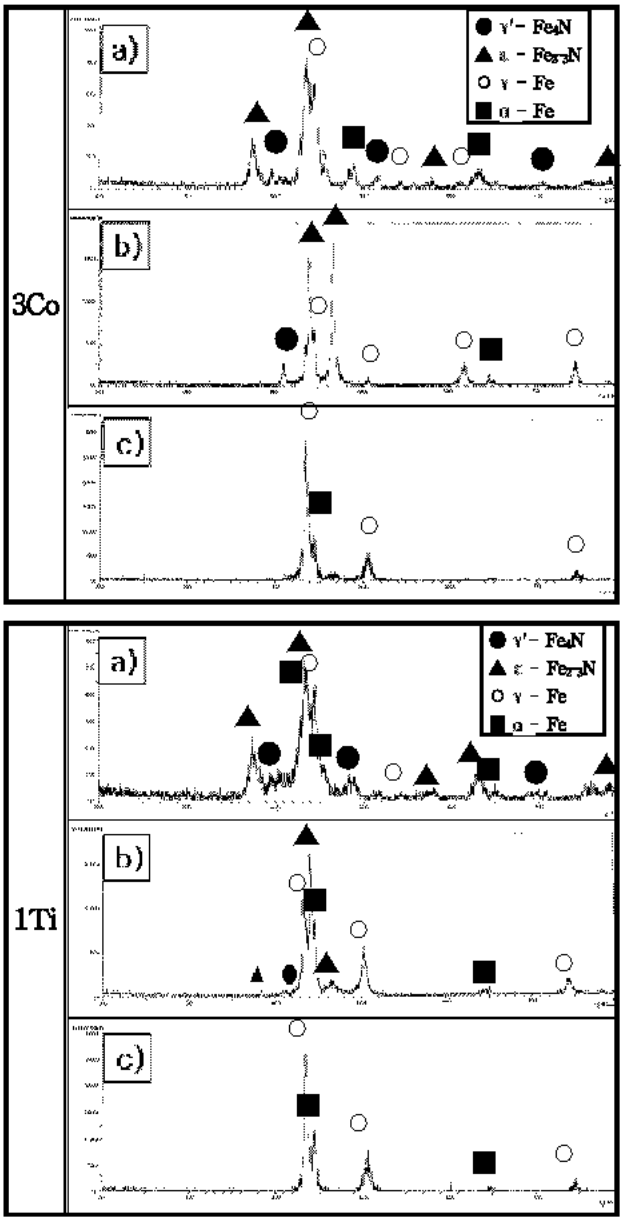

Fig. 2 X-Ray diffraction pattern of nitrided layer in Fe-12Cr-22Mn-X alloys.
a) Compound layer b) Diffusion layer c) Matrix

수 있고, 표면 질소농도가 높은 화합물 층에서는 높은 경도를 나타내는 γ'-Fe_4N 및 ε-$Fe_{2-3}N$의 질화물이 더 많이 생성되고 있음을 알 수 있다.

Fig. 3은 플라즈마 이온 질화처리 된 두 시료의 표면에서 내부 쪽으로 N의 분포를 EPMA에 의해 측정하여 나타낸 것이다. 두 시료 모두 화합물 및 확산층에서 N의 농도가 높게 나타나고 있음을 알 수 있다. 이와 같이 화합물층 및 확산층에서 N의 농도가 높게 나타난 이유는 확산 침투된 질소가 고용되어 있거나 또는 γ'-Fe_4N 및 ε-$Fe_{2-3}N$과 같은 질화물을 형성하고 있기 때문이다.

3.2 경화층의 경도와 깊이에 미치는 질화처리 온도 및 시간의 영향

Fig. 4는 질화처리 온도가 경화층의 경도 분포에 미치는 영향을 알아보기 위하여 Fe-12Cr-22Mn의 화학조성에 3%의 Co가 첨가된 시료를 여러 온도에서 12시간 플라즈마 이온 질화처리하였을 때 생성된 경화층의 경도값을 조사하여 나타낸 것이다. 질화처리 온도에 관계없이 표면 경도는 모두 Hv 1,450 이상의 높은 값을 나타내고 있고, 온도가 높아질수록 경화층의 경도 값은 약간 높아지고 있다. 이와 같은 이유는 질화처리 온도가 높아질수록 확

산속도가 커지기 때문에 더 많은 질소가 확산되어 가기 때문이다. 또한, 확산층은 높은 경도 값을 나타내지만 경화층의 깊이가 깊어짐에 따라 경도 값이 급격히 감소함을 알 수 있는데, 이것은 표면층에는 질소 농도가 높아 경도가 높은 γ'-Fe4N 및 ε-Fe2-3N과 같은 질화물이 많이 형성되어 경도 값이 높지만, 내부로 들어감에 따라 확산 침투되는 질소양의 감소로 질화물이 잘 형성되지 않아 경도 값이 급격히 감소한 것으로 사료된다.

Fig. 5는 질화층의 경도 값에 미치는 플라즈마 질화처리 시간의 영향을 알아보기 위하여 Fe-12Cr-22Mn에 1%의 Ti가 첨가된 시료를 490℃온도에서 시간을 달리하여 질화처리 한 다음 질화층의 경도 값을 조사하여 나타낸 것이다. 질화처리시간에 관계없이 질화층의 표면에서는 Hv 1,600 이상의 높은 경도 값을 나타내지만 경화층이 깊어질수록 경도 값이 빠른 속도로 감소하고 있음을 알 수 있다.

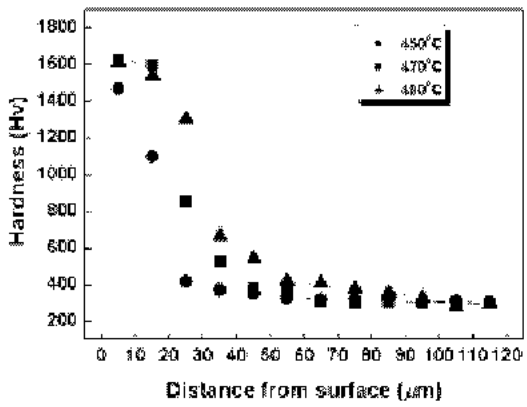

Fig.4 Hardness distribution of nitrided layer with nitriding temperature in Fe-12Cr-22Mn-3Co alloy treated for 12 hours..

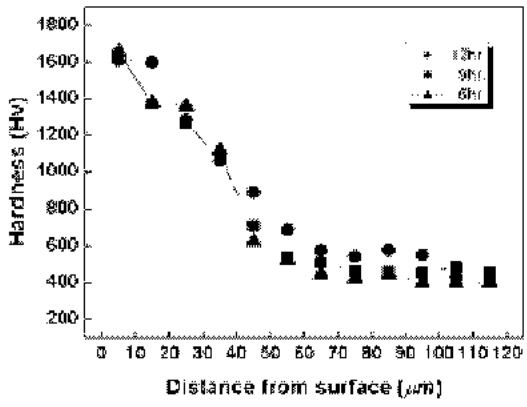

Fig. 5 Hardness distribution of nitrided layer with nitriding time in Fe-12Cr-22Mn-1Ti alloy treated at 490℃.

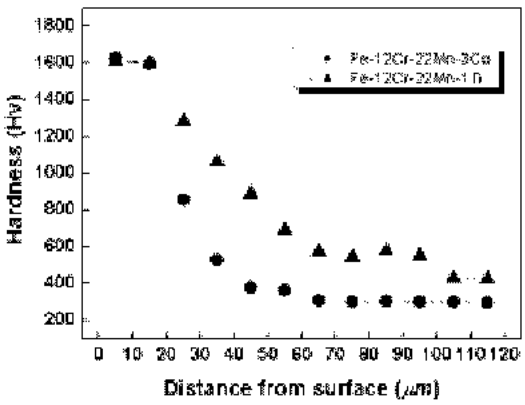

Fig. 6 Hardness distribution of nitrided layer with alloy in Fe-12Cr-22Mn-X alloys treated at 490℃ for 12 hours.

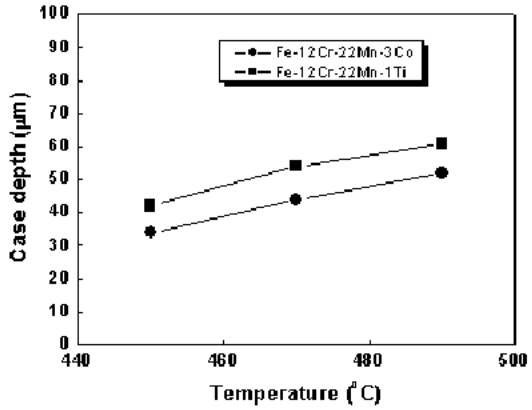

Fig. 7 Effect of nitriding temperature on the case depth of Fe-12Cr-22Mn-X alloys treated for 12 hours.

Fig. 6은 경화층에 미치는 합금원소의 영향을 알아보기 위하여 두 시료를 490℃에서 12시간 플라즈마 질화처리 한 후 질화층의 경도 값을 조사하여 나타낸 것이다. 두 시료가 비슷한 거동으로 표면부에서는 높은 경도 값을 나타내지만 경화 층의 깊이가 깊어질수록 경도 값이 급격히 감소하고 있고, 3%의 Co가 첨가된 시료가 1%의 Ti가 첨가된 시료 보다 표면에서 깊어짐에 따라 경도 값이 낮아지는 정도가 더 큰 것을 알 수 있다. 이것은 Co보다는 Ti가 질소와의 친화력이 크기 때문에 확산 침투된 질소가 γ'-Fe4N 및 ε-Fe2-3N과 같은 경도가 높은 질화물을 형성하기도[10] 하지만 극히 미세한 TiN과 같은 질화물도 형성하기 때문이라[9] 생각된다.

Fig. 7은 두 시료의 경화층 깊이에 미치는 질화처리 온도의 영향을 조사하여 나타낸 것이다. 두 시료 모두 질화처리 온도가 높아질수록 경화층의 깊이는 증가하고 있음을 알 수 있다. 이와 같이 온도가 증

가 할수록 경화층의 깊이가 증가하는 이유는 온도가 증가 하면 질소의 확산속도가 커서 더 깊게 확산해 가기 때문이라 생각 된다.

Fig. 8은 두 시료를 490℃에서 질화처리 하였을 때 질화층의 깊이에 미치는 질화처리 시간의 영향을 조사하여 나타낸 것이다. 질화처리 시간이 길어짐에 따라 질화층의 깊이가 빠른 속도록 증가하다 시간이 길어지면 서서히 증가하고 있음을 알 수 있다. 이와 같은 현상은 질화층의 깊이는 시간의 제곱근에 비례하기 때문이며, 이는 다른 연구자들의 연구결과[10]와 잘 일치하고 있다.

3.3 내마모성 변화

Fig. 9는 두 시료에서 생성된 경화층의 내마모성을 알아보기 위하여 490℃에서 시간을 달리하여 질화처리를 한 다음 표면층을 마모시험 하였을 때, 마모량의 변화를 조사하여 나타낸 것이다.

두 시료 모두 질화처리 시간이 길어질수록 마모량이 적어지고 있으며, 동일처리 조건에서 1%의 Ti

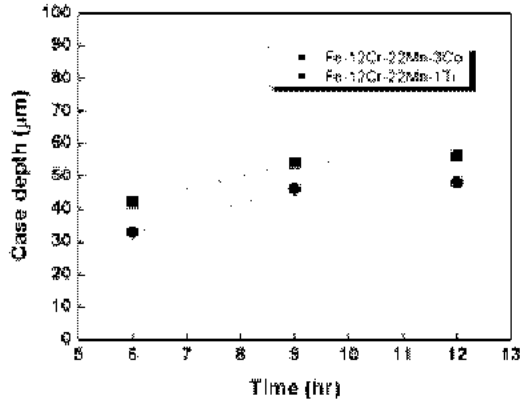

Fig. 8 Effect of nitriding time on the case depth of Fe-12Cr-22Mn-X alloys treated at 490℃

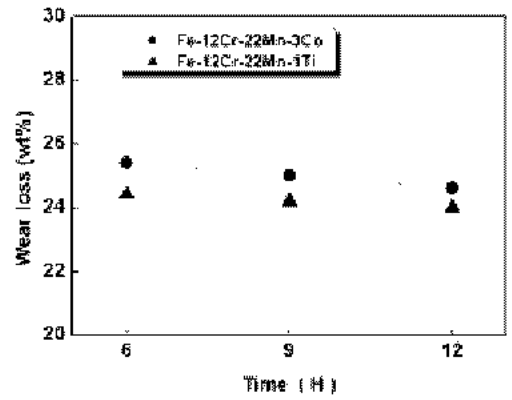

Fig. 9 Effect of nitriding time on the wear loss of Fe-Cr-Mn-X alloys treated at 490℃

첨가된 시료가 3%의 Co가 첨가된 시료보다 마모량이 적은 것을 알 수 있다. 이와 같이 질화처리 시간이 길어질수록 마모량이 적은 이유는 질화처리시간이 길어질수록 확산 침투된 질소의 농가가 높아지고, 그 결과 경도가 높은 γ'-Fe_4N 및 ε-$Fe_{2\,3}N$ 질화물이 많이 생성되기 때문이며, 1%의 Ti가 첨가된 시료가 마모량이 적은 이유는 Ti가 첨가되어 있기 때문에 경도가 높은 질화물인 γ'-Fe_4N 및 ε-$Fe_{2\,3}N$ 외에도 TiN과 같은 미세한 질화물들이 생성되기 때문이라[9] 생각 된다.

4. 결 론

Fe-12Cr-22Mn 합금에 3% Co 및 1% Ti가 첨가된 제진합금을 질화처리 조건을 달리하여 플라즈마 이온 질화처리 한 다음, 질화층의 미세조직과 경도 및 내마모성을 평가한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 두 시료 모두 플라즈마 질화 처리에 의해 우수한 표면 경화층을 얻는 것이 가능하였다. 또한 두 시료 모두 질화층은 화합물층과 확산층으로 구성되었으며, 질화층에서는 주로 경도가 높은 γ'-Fe_4N 및 ε-$Fe_{2\,3}N$의 질화물이 생성되었다.
2. 질화처리 온도가 높아질수록 그리고 질화처리시간이 길어질수록 질화층 깊이는 깊어지며, 490℃에서 12시간 질화처리에 의해 3% Co 가 첨가된 시료는 약 45㎛, 1%의 Ti가 첨가된 시료는 60㎛ 이상의 경화층을 얻을 수 있었다.
3. 두 시료 모두 질화층의 표면경도 값이 Hv 1,600 이상이 되는 경화층을 얻을 수 있었고, 1%의 Ti가 첨가된 시료가 3%의 Co가 첨가된 시료에 비해 동일 질화처리 조건에서 더 높은 경도 값과 더 깊은 경화층을 나타내었으며, 마모량도 적었다.

참고 문헌

1. K. Sugimoto, 1974, "Recent advances in high damping alloys", *Tesu-to-hagane*, 60, pp. 2203.
2. 伊藤邦夫, 1985, 材料工學 シリズ機能金屬材料,東大出版社, pp. 19.
3. J. H Jun and C. S. Choi, 1998, "Strain amplitude dependence of the damping capacity in Fe-17%Mn alloy", *Scripta Materialia*, 38, pp. 543-549.

4. H.Okada, I.S.Kim, C.Y.Kang, H.Sahashi, N.Igota and K.Miyahara, 2004, "Effect of Epsilon Martensite on the Damping on High Strength Fe-Cr-Mn Alloy", Material science & Engineering. A, 370, pp. 519.
5. K. Tsuzaki, M. Ikegami, Y. Tomota and T. Maki, 1990, "Effect of transformation cycling on the ε-martensitic transformation in Fe-Mn alloys", *ISIJ International*, 30, pp. 666-677.
6. 손동욱, 김재환, 이종문, 김익수, 김한청, 강창룡, 2004, "Fe-Al-Mn 합금의 진동감쇠능 및 인장성질에 미치는 미세조직의 영향", 한국동력기계공학회지, 8, pp. 31.
7. J. A. Venables, 1962, "The martensite transfor- mation in stainless steel", *Phill, Mag.*, 7, pp. 35.
8. K.Ozbaysal, O.T.Inal and A.D.Romig, 1986, "Ion-nitriding behavior of several tool steels", Materails Science and Engineering, 78, 2, pp. 179
9. ｲｵﾝ窒化研究會, 1982, ｲｵﾝﾌﾟﾚｰﾃｨﾝｸﾞ 窒化法, pp.43.
10. 이재식, 김한군, 유용주, 2001, "이온 질화처리된 공구강 표면층의 미세조직과 성질" 한국열처리공학회지, 14, 1, pp. 8.