



ISSN 1225-8024(Print)  
ISSN 2288-8403(Online)

〈연구논문〉

한국표면공학회지

J. Korean Inst. Surf. Eng

Vol.54, No.5, 2021.

<https://doi.org/10.5695/JKISE.2021.54.5.267>

## AISI4115 기계구조용 합금강의 질화 가스분위기에 따른 화합물층의 형성 및 내마모특성

김태환<sup>1,3</sup>, 손석원<sup>1,3</sup>, 조균택<sup>2</sup>, 이기안<sup>3</sup>, 이원범<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>한국생산기술연구원 뿌리기술연구소 친환경표면처리연구부

<sup>2</sup>한국생산기술연구원 서남본부 동력소재부품연구그룹

<sup>3</sup>인하대학교 신소재공학과

## Formation of compound layers and Wear behavior of AISI4115 steels by gaseous nitriding process

Taehwan Kim<sup>1,3</sup>, Seokwon Son<sup>1,3</sup>, Kyuntaek Cho<sup>2</sup>, Kee-ahn Lee<sup>3</sup>, Won-beom Lee<sup>1,\*</sup>

<sup>1</sup>Eco-Friendly Thermal Surface Treatment R&D Group, Korea Institute of Industrial Technology(KITECH), Siheung, 15014, Korea

<sup>2</sup>Power materials R&D Group, Korea Institute of Industrial Technology(KITECH), Suncheon, 58022, Korea

<sup>3</sup>Department of Materials Science and Engineering, Inha University, Incheon 22212, Korea

(Received 08 October, 2021 ; revised 21 October, 2021 ; accepted 26 October, 2021)

### Abstract

Nitriding layers developed during gaseous nitriding of AISI4115 steels for the application of steel bushing part were investigated. The compound layer thickness of about 10 $\mu$ m, 0.3mm of case depth under the same conditions, and conventional nitriding, nitrocarburizing, and controlled nitriding were performed in three methods. In the controlled nitriding,  $K_N$  was controlled by measuring the hydrogen partial pressure. The nitrided samples were analyzed by micro Vickers hardness test, optical microscopy and scanning electron microscopy. The phases of compound layer were identified by X-ray diffraction and electron backscatter diffraction. The controlled nitriding specimen indicated the highest surface hardness of about 860 HV<sub>0.1</sub>. The compound layer of the conventional nitriding and nitrocarburizing specimen was formed with about 46% porous layer and  $\epsilon + \gamma'$  phase, and about 13% porous layer and about 80%  $\gamma'$  phase were formed on the controlled nitriding specimen. As a result of the Ball-on-disk wear test, the worn mass loss of ball performed on the surface of the controlled nitriding specimen was the largest. The controlled nitriding specimen had the highest surface hardness due to the lowest porous percentage of compound layer, which improved the wear resistance.

*Keywords* : AISI4115, Wear properties, Gaseous nitriding, Surface hardening

## 1. 서 론

AISI 4115강은 저탄소 기계구조용 합금강으로 인성

및 내마모성을 요구하는 부품에 사용되고 있으며, 모터 샤프트, 스피들, 피스톤, 기어 등 자동차산업 분야를 중심으로 다양하게 사용되고 있다 [1]. 자동차 산업의 고도화로 부품소재의 고강도와 내마모성 향상을 위해 필수적 기술로 표면열처리 방법이 사용되는데, 다양한 방법 중 열화학 표면열처리는 이온, 침탄, 질화,

\*Corresponding Author: : Won-Beom Lee  
Eco-Friendly Thermal Surface Treatment R&D Group,  
Korea Institute of Industrial Technology  
Tel: +82-31-8084-8643 ; Fax: 031-8084-8603 ;  
E-mail: wbeom70@kitech.re.kr

고주파표면경화 등이 있으며 부품소재의 물리적, 화학적 특성을 향상시킬 수 있는 장점이 있어 산업에서 다양하게 사용되고 있다 [2-4].

특히, 질화 처리는 표면열처리 방법 중 화학열처리 방법의 대표적인 기술로 질화공정은 약 500~580°C의 공정온도에서 진행되며, NH<sub>3</sub> 가스에서 분해되는 질소가 표면으로 침투하여  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N 상 및  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N 상으로 이루어진 화합물층을 형성시키는데 목적이 있다 [5]. 질화 가스 분위기에 따라 강의 표면에 형성되는 화합물의 상 유형, 표면 경도, 표면 경화층 깊이의 특성들이 달라진다 [6-8]. 이러한 특성들은 내마모성과 밀접한 관계가 있으며, 특성들의 변화에 따라 각기 다른 마모 거동을 보여준다 [9-12].

질화공정의 방법에는 가스질화, 염욕질화, 플라즈마 질화 등이 있지만, 염욕질화의 경우에는 염의 사용으로 인해 맹독성이 강한 CN<sup>-</sup> 이온의 공해배출이라는 단점이 있어 점차 시장이 줄어들고 있다. 한편, 현재까지 가스질화는 전 세계적으로 가장 많이 사용되며 환경 문제도 야기되지 않고 대용량 열처리도 가능한 가장 범용적인 질화공정이다. 이러한 가스질화의 장점은 표면경화층의 깊이를 두껍게 형성할 수 있지만, 단점으로는 처리시간이 길고 표면에 형성되는 화합물의 형성 및 제어가 어렵다는 것이다. 긴 처리시간을 단축시키기 위해 가스 질화에서 변형된 연질화 기술이 개발되었다 [13]. 연질화는 탄소 가스를 추가적으로 주입하는 공정이며, 공정 처리시간이 짧고 빠르게 화합물층을 성장시키는 장점이 있다. 하지만 연질화로 형성된 표면의 화합물층에 높은 탄소 농도의 영향으로 시멘타이트층이 형성되어 화합물층의 성장을 억제시킬 수 있는 단점이 있다 [14-16]. 하지만 가스질화 방법에 따라 표면에 침투하는 질소 농도가 각기 다르기 때문에 형성되는 화합물층의  $\epsilon$ 상,  $\gamma'$ 상의 비율이 달라져 지배적인 상의 차이가 나타난다. 따라서 과거에 순수 철에 가스질화시 형성되는 화합물의 질소에 대한 확산계수와 성장 거동의 연구가 진행되었고 [17], 현재는 가스분위기를 제어하는 주요 변수인 질화포텐셜 ( $K_N$ : Nitriding potential)을 제어함으로써 화합물의 형성 및 제어가 가능하다 [18-20]. J. Somers는  $K_N$ 제어를 바탕으로 제어 질화 및 연질화에서 가스 분위

기에 따라 달라지는 화합물층 성장거동에 대한 연구를 진행하였다. 연구에 따르면 Lehrer diagram을 통해  $K_N$  값이 제어되었을 때 가스 분위기에 따라 화합물층에 어떤 상이 형성되는지 예측이 가능하고 예측된 결과와 같이 화합물층의 상 제어가 가능함을 설명하고 있다 [21].

현재까지도 많은 연구자들이 가스질화 처리를 통하여 표면특성을 향상시키려는 연구가 많이 진행되었지만 [22-24], 가스 분위기 주요 매개변수  $K_N$ 의 제어 유무에 따른 각 다른 가스질화 방법으로 형성되는 화합물층 조직 분석과 내마모성에 대한 연구는 많이 이루어지지 않았다.

본 연구에서는 일반질화, 연질화 및 제어질화 처리한 AISI 4115소재의 표면의 동일한 화합물층 두께 및 표면경화 깊이를 형성하는 공정으로 진행하였고, 각기 다른 가스 분위기에서 질화처리된 시험편의 표면경도 측정 및 조직분석을 실시하였다. 또한 Ball-on-disk 마모 실험을 통하여 표면경도 및 화합물층 미세조직의 변화에 따른 내마모 특성과의 연관성을 확인하고자 하였다.

## 2. 실험방법

본 연구에서는 기계구조용 합금강의 가스분위기의 질화공정에 따른 조직 및 물성 변화 및 이에 미치는 마모특성을 분석하기 위하여 AISI 4115소재를 준비하였다. Table 1은 AISI 4115 시험재에 대한 화학성분표이다.

AISI 4115 소재는 웬칭 및 유냉 후 템퍼링을 실시하였다. 시험편은 SiC 사포를 이용하여 1500번까지 순차적으로 연마하여 동일한 표면상태로 준비를 하였다. 이렇게 준비된 시험편은 화합물의 변화와 이에 미치는 마모특성을 살펴보기위해 Fig. 1과 같이 3가지의 가스질화공정을 수행하였다.

질화공정 후 3가지 시험편의 화합물층 두께는 약 10 $\mu$ m로 동일하게 형성되게 진행하였고, 유효경화 깊이는 300 $\mu$ m로 동일하게 공정을 설계하였다. 보다 자세한 공정조건은 Fig. 1에서와 같이 일반질화 공정은 520°C에서 NH<sub>3</sub>가스만 이용하여 6시간 진행하였고,

Table. 1. Chemical compositions of AISI 4115 steels examined. (Wt,%)

Experimental specimen	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Fe
AISI 4115	0.13~0.18	0.15~0.35	0.60~0.90	< 0.03	<0.03	0.90~1.20	0.15~0.30	Balanced.

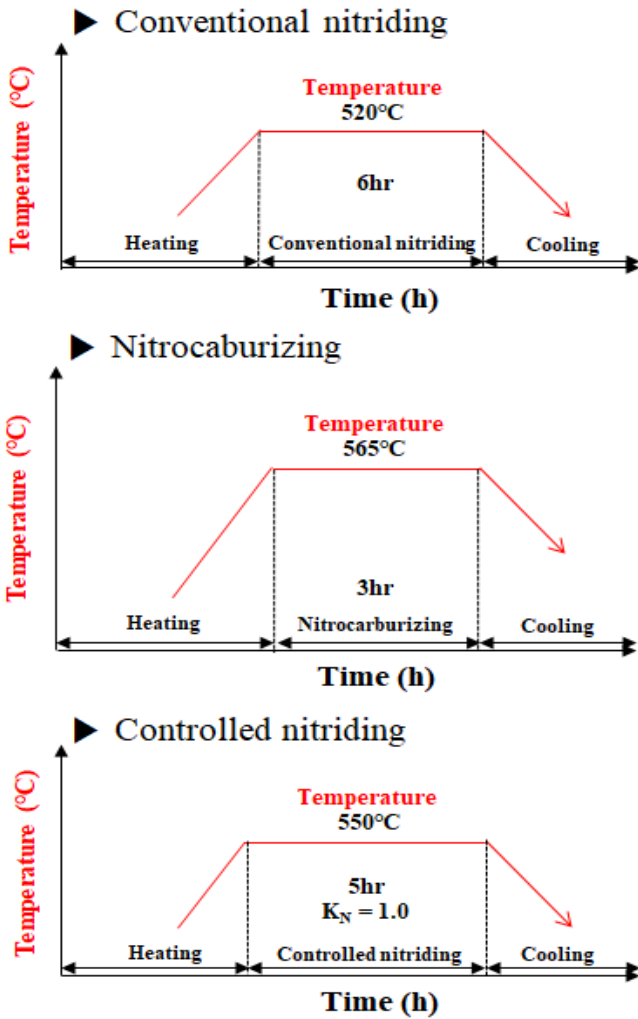


Fig. 1. The schematic diagram for gaseous nitriding process of different gas condition.

연질화 공정은 565°C에서 NH<sub>3</sub>가스에 추가적으로 탄화가스를 주입하여 3시간 진행을 하였다.

제어 질화의 질화 방법은 AMS2759-10B에 의한 방법으로 550°C에서 K<sub>N</sub>=1.0 시간은 5시간으로 제어 질화를 진행하였다. 가스 질화시 혼합된 가스 분위기에서 형성되는 질화 포텐셜 (K<sub>N</sub> : Nitriding potential)은 질화제로 쓰이는 NH<sub>3</sub>가스가 뜨거운 로 내에 닿으면 식 1과 같이 N<sub>2</sub> 원자, H<sub>2</sub> 원자가 분해되어 나오는데 H<sub>2</sub>센서를 이용하여 H<sub>2</sub>분압을 측정하였다. 질화를 제어하는 주요 인자인 K<sub>N</sub>은 식 1에서 형성되는 H<sub>2</sub> 분압으로 식 2와 같이 표시할 수 있으며 H<sub>2</sub> 분압에 반비례 하고, 분해되지 않은 NH<sub>3</sub> 분압에 비례함을 알 수 있다.

$$NH_3 = \frac{1}{2} N_2 + \frac{3}{2} H_2 \quad (1)$$

$$K_N = \frac{P_{NH_3}}{P_{H_2}^{3/2}} \quad (2)$$

퀸칭 템퍼링(Q&T)처리, 일반질화, 연질화, 제어질화 처리된 각 시험편의 경도변화를 알아보기 위해 마이크로 비커스경도계(Micro Vickers hardness tester, Future Tech, FLV-10ARS-F)를 이용하여 표면경도 및 단면경도를 측정(시험조건 : 100gf, 10sec)하였다. 질화 경화층에 대한 조직 관찰은 95 ml 에탄올, 5 ml 질산을 혼합한 용액을 제조하여 에칭 후 광학 현미경(Optical microscope, Huvitz, HRM-300)과 주사 전자 현미경 (FEI Hong Kong Company, NNS - 450)을 사용하여 단면조직을 관찰하였다. 또한 표면 질화층의 상분율 측정을 위한 X-선 회절 분석(X-ray diffraction, PANalytical, X'Pert-PRO MPD)은 Cu-Kα 타겟을 이용하여 가스 분위기에 따른 각 시험편 표면의 상분석을 실시하였고, 상분율을 정확하게 측정하기 위해 전자후방산란 분석(electron backscattered diffraction)을 측정하여 질화 방법에 따라 다르게 형성된 화합물층의 상분율을 측정하였다.

AISI 4115 소재의 가스 분위기에 따라 각기 다르게 형성된 표면 화합물 조직의 마찰 및 마모 특성을 확인하기 위하여 Ball-on-disk 마모 시험을 수행하였다. 트랙 반경은 5 mm로 각 시험편의 표면에 3 mm 크기 SiC 소재의 볼을 5N 하중으로 300m거리 동안 마모 시험을 진행하였다. 시험이 끝난 후 광학현미경을 사용하여 각 시험편의 마모된 표면에 형성된 마모 트랙의 폭 및 볼의 마모 흔적을 관찰하여 볼의 마모된 손실량(W<sub>b</sub>)을 계산하였다. 볼의 마모된 손실량은 아래 식 3과 같이 계산하였다.

$$W_b = \frac{\pi d^4}{64r} \quad (3)$$

W<sub>b</sub> : worn volume (mm<sup>3</sup>)  
 d : width of wear scar (mm)  
 r : radius of ball (mm) (Fig 2).

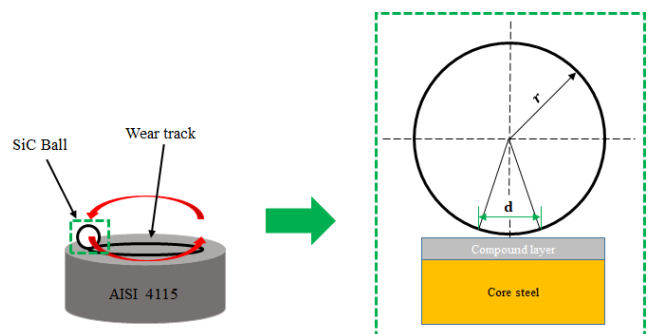


Fig. 2. The calculation of specific worn volume of ball.

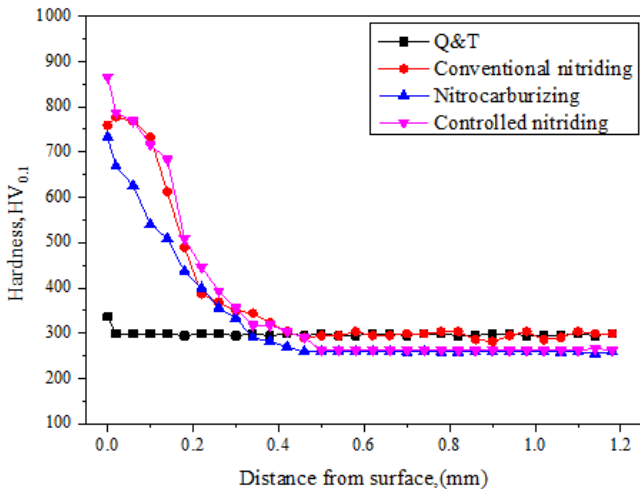


Fig. 3. Micro hardness profiles for Q&T and nitrided of different gas condition of AISI 4115 steel specimen.

### 3. 실험결과

#### 3.1 경도 분석

Fig 3은 Q&T처리, 일반질화, 연질화, 제어질화 처리된 AISI 4115 시험편의 단면 경도 프로파일이다. Q&T처리 한 시험편의 경우 표면과 심부 큰 차이가 없이 약 290 HV<sub>0.1</sub>의 경도값이 측정되었다. 일반질화 조건은 약 759

HV<sub>0.1</sub> 측정되었고, 연질화 조건은 표면경도 약 733 HV<sub>0.1</sub>, 제어질화 조건은 약 860 HV<sub>0.1</sub>로 가장 높은 경도값이 측정되었다. 또한, 3가지 질화방법으로 질화한 AISI 4115 시험편은 질소의 침투에 의해 경화층이 형성되었는데, 300 μm로 동일하게 형성되었다. 경화층 이후 심부경도는 질화공정 온도와 처리시간에 따라 연화 현상이 일어난 제어질화 및 연질화 시험편은 약 260HV<sub>0.1</sub>로 측정되었고, 일부 연화현상을 제외하고는 약 290HV<sub>0.1</sub>으로 유사하게 측정되었다.

#### 3.2 조직 분석

Fig 4는 질화조건에 따른 AISI4115강 화합물층의 단면 조직 사진이다. Fig 4(a)는 Q&T처리 조건 시험편의 조직사진으로 템퍼드 마르텐사이트 조직이 관찰되었다. Fig 4. (b)는 일반질화 조건의 단면 조직사진으로 표면에 약 9.7 μm의 화합물층이 형성되는 것을 확인하였다. Fig 4. (c)는 연질화 조건의 단면 조직사진으로 표면에 약 9.7 μm, Fig 4. (d)는 제어질화 조건의 단면 조직사진으로 약 9.5 μm의 화합물층이 형성되는 것을 확인하였다. Fig 5는 3가지 질화 방법으로 질화된 AISI 4115 시험편의 단면조직을 자세히 살펴보

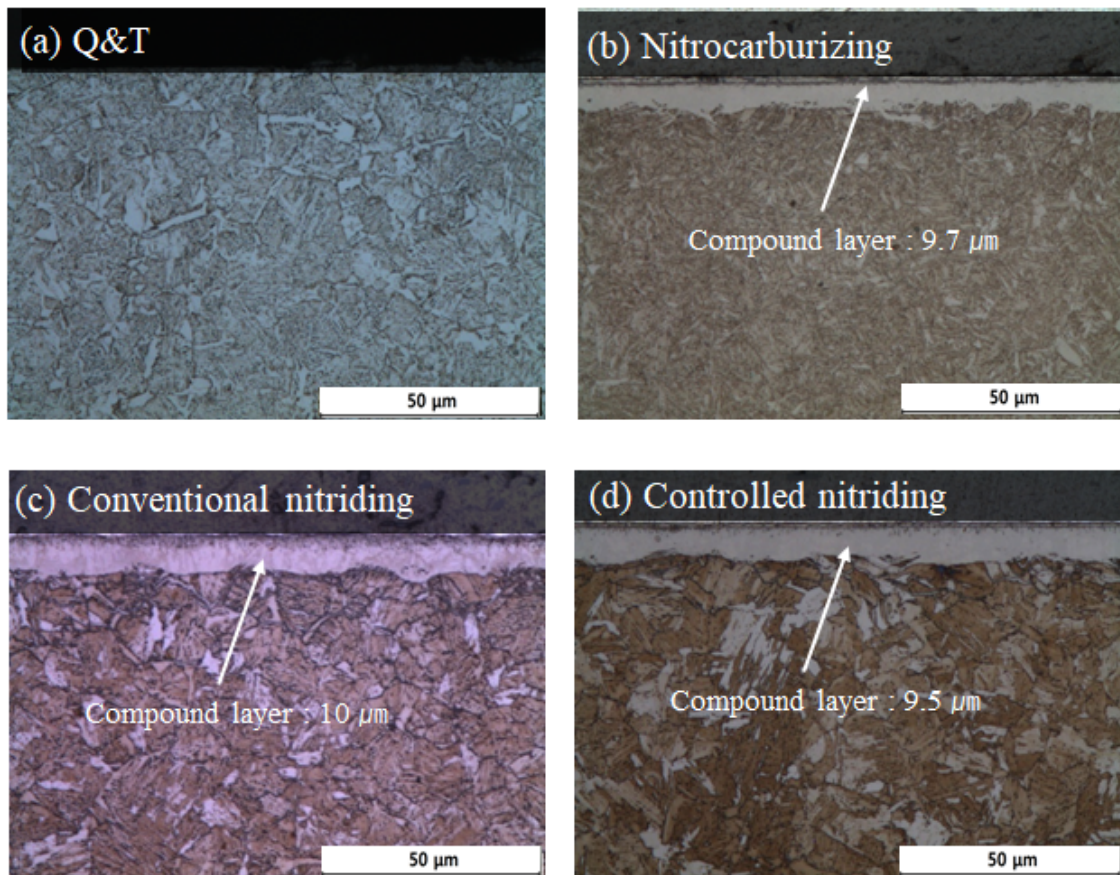


Fig. 4. Cross-sectional micrographs of AISI 4115 specimens treated Q&T (a), Nitrocarburizing (b), Conventional nitriding (c), Controlled nitriding (d).

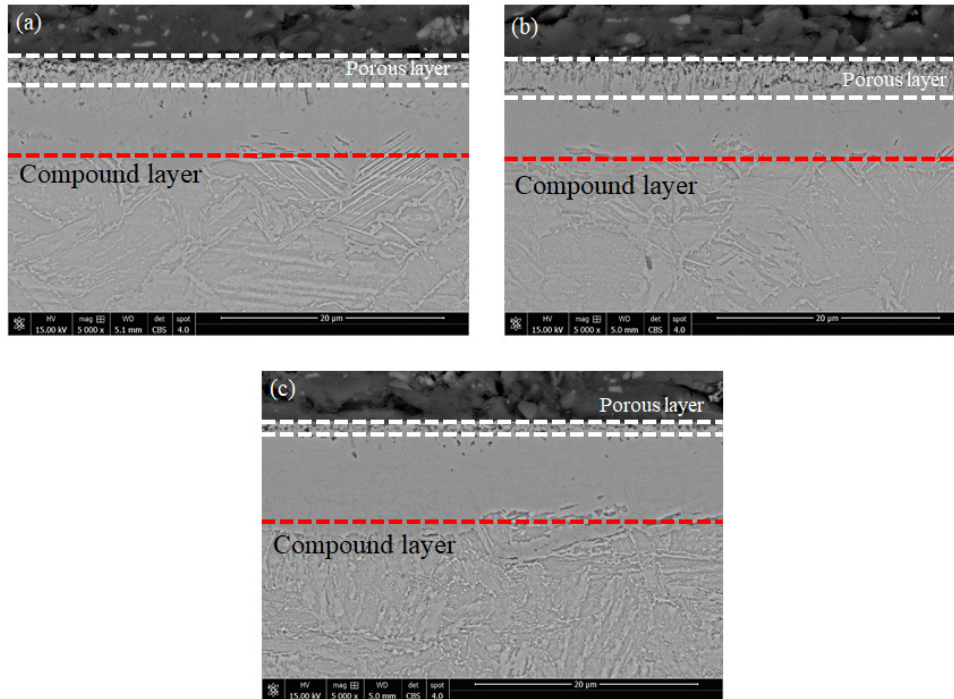


Fig. 5. SEM micrographs near the surface of AISI 4115 specimens nitrided with different gas condition of (a) Conventional nitriding, (b) Nitrocarburizing, (c) Controlled nitriding.

Table. 2. Density of compound layer of AISI 4115 at different nitriding process.

Experimental specimen	Compound layer ( $\mu\text{m}$ )	Porous layer ( $\mu\text{m}$ )	Porosity rate (%)
Conventional nitriding	10	4.6	46.0
Nitrocarburizing	9.7	4.5	46.4
Controlled nitriding	9.5	1.2	12.6

기 위하여 SEM을 이용하여 관찰한 조직사진이다. 다공질층(Porous layer) 측정 방법은 AMS2759-12B에 의해 측정하였으며, 모든 시험편 표면의 화합물층에 질소( $\text{N}_2$ )의 과포화로 인해 형성된 다공질층이 관찰되었다. 일반질화 및 연질화 시험편의 표면에 형성된 화합물층 내 다공질층 분율은 약 46%가 형성되었고 Fig 5. (a, b), 제어질화 시험편의 화합물층 내 다공질층 분율은 약 13%로 형성되었다 Fig 5. (c). 조직 분석 결과 3가지 질화 방법의 화합물층의 다공질층 분율은 표 2에 나타내었다.

Fig 6은 조건에 따라 표면에 형성된 화합물층의 상을 보다 자세하게 확인하기 위해 XRD측정한 결과이다. Fig. 3에서 Q&T처리한 시험편은 측정 결과  $\alpha'$  상 피크만이 검출되는 것을 확인할 수 있다. 일반질화 및 연질화 처리된 시험편은  $\epsilon$ 상 및  $\gamma'$ 상이 동시에 검출되었지만,  $43.7^\circ$ 에서의  $\epsilon$ 상이 주피크인 것을 확인할 수 있다. 제어질화의 경우  $41.2^\circ$ 의  $\gamma'$ 상의 피크가 증가하였고 일반질화, 연질화 조건에 존재하지 않던  $48^\circ$ 의  $\gamma'$ 상 피크가 검출되었으며 주피크가  $\gamma'$ 상인 것을 확인할 수 있다.

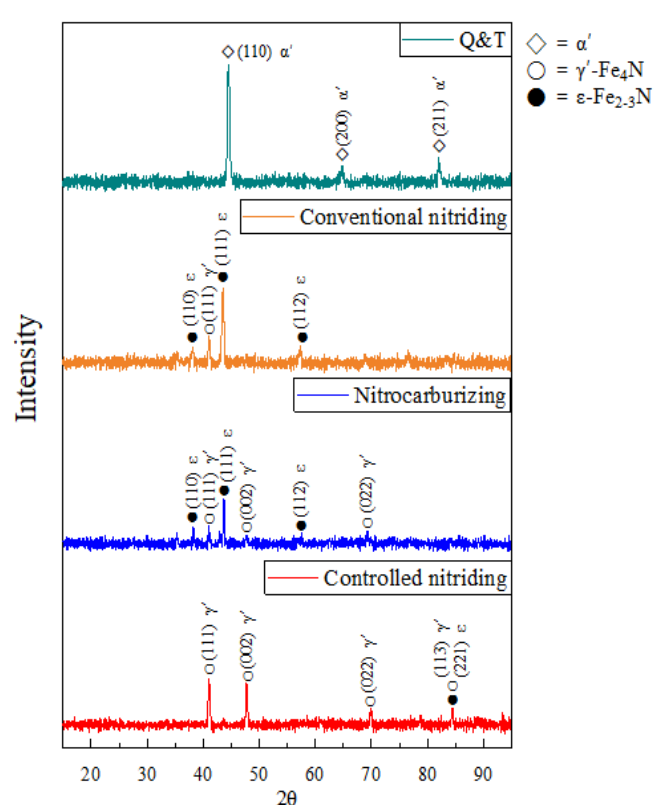


Fig. 6. X-ray diffraction patterns for as Q&T and nitride specimens of different gas condition.

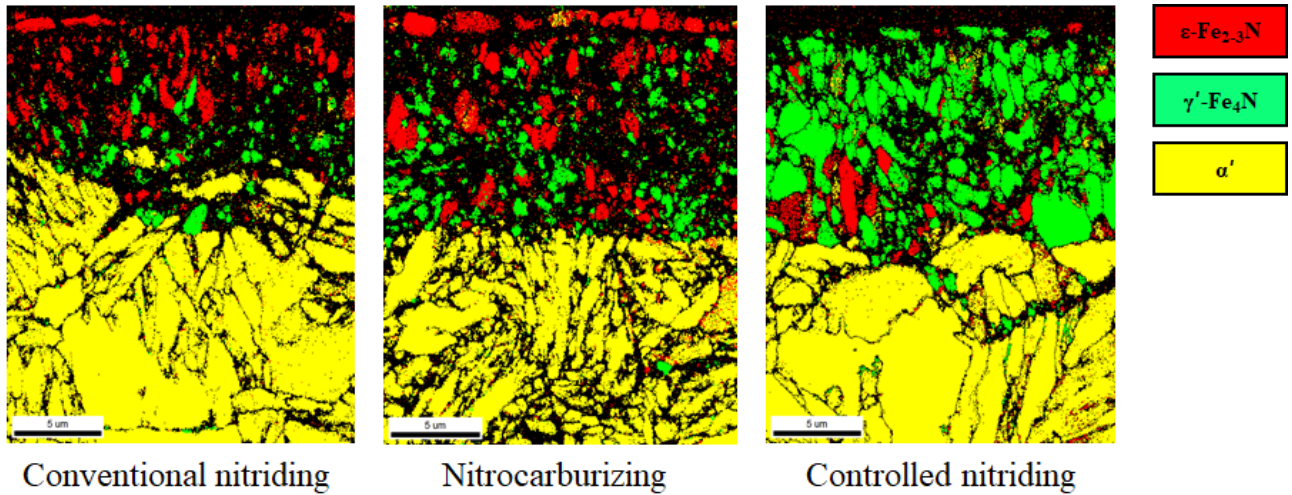


Fig. 7. Phase maps analyzed by EBSD near the surface of AISI 4115 steel under nitrided in different gas condition.

화합물층의 상분율을 더 정확하게 분석하기 위해 EBSD 분석 결과를 Fig 7을 통해 나타내었다. 그 결과 일반질화, 연질화 조건의 경우  $\epsilon$ 상 및  $\gamma'$ 상이 혼합되어 이루어진 화합물층이 형성되어 있는 것을 확인할 수 있다. 일반질화 조건의 경우  $\epsilon$ 상 65%,  $\gamma'$ 상 35%로 이루어져 있었고, 연질화 조건에서는  $\epsilon$ 상 60%,  $\gamma'$ 상 40%로 이루어져 있어 일반질화, 연질화 조건에서는  $\epsilon$ 상의 분율이 약10~15%정도 높게 나타나  $\epsilon$ 상이 더 많이 형성된 상인 것을 확인할 수 있다. 제어질화 조건의 경우  $\epsilon$ 상 20%,  $\gamma'$ 상 80%로 이루어져 일반질화, 연질화 조건과 다르게  $\epsilon$ 상보다  $\gamma'$ 상이 많이 형성된 상인 것을 확인할 수 있다.

### 3.3 마모 특성

질화 처리를 하지 않고 Q&T 처리한 조건과 질화 조건에 따라 열처리된 AISI 4115 시편에 동일한 조건으로 마모시험을 실시한 결과를 Fig 8에 나타내었다. Q&T 처리한 조건의 경우 초기에 약 0.46정도로 급격하게 마찰계수가 증가하였고 마모 거리가 증가하면서 최종 0.52정도의 일정한 마찰계수가 측정되었다. 일반질화 및 연질화 조건의 경우 마모 거리 초기에 약 0.27정도로 가장 낮게 측정되었고 100m 마모 거리까지 마찰계수가 완만하게 증가하다가 이후

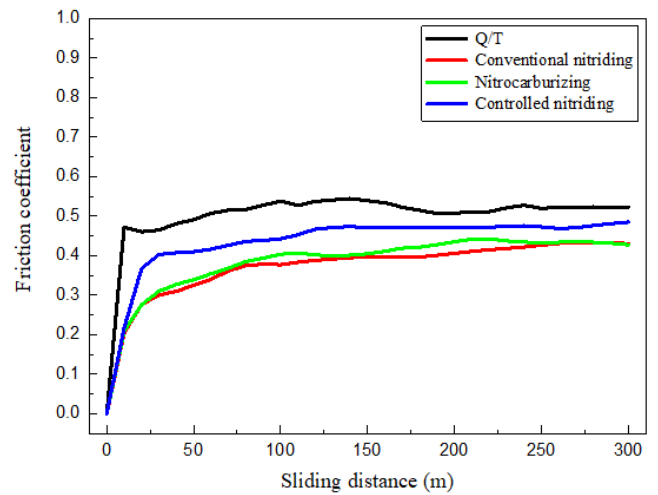


Fig. 8. Friction coefficient profile of Q&T and nitridied specimens of different gas condition.

지점부터는 모든 마찰계수가 약 0.40정도로 일정하게 측정되었다. 제어질화한 시험편의 경우 Q&T 처리한 조건과 비슷하게 마모 거리 초기에 약 0.40정도로 급격하게 마찰계수가 증가하였고 마모 거리가 증가함에 따라 마찰계수가 약 0.45정도로 측정되었다. 가장 높은 평균 마찰계수는 Q&T처리 시험편에서 약 0.52로 나타났다(표 3)

Fig 9는 5 N 하중으로 300m 거리로 진행된 마모 시험에서 질화 조건에 따라 각 시험편의 마찰된 SiC 볼과 마모트랙을 광학현미경으로 관찰한 결과이

Table. 3. Result of wear test by ball-on-disk

Experimental specimen	Friction coefficient	Diameter of worn ball ( $\mu\text{m}$ )	Wear track ( $\mu\text{m}$ )
Q&T	0.52	470.5	411.2
Conventional nitriding	0.40	508.5	504.0
Nitrocarburizing	0.40	505.0	476.2
Controlled nitriding	0.45	550.0	517.8

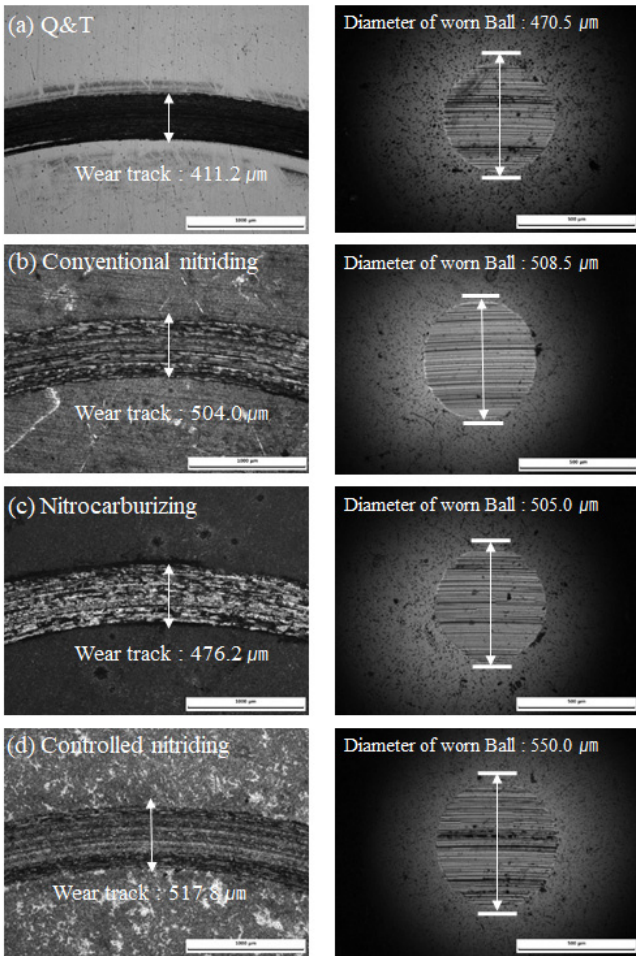


Fig. 9. OM micrographs showing worn surfaces of the as Q&T and nitrided specimen of different gas condition.

다. Fig 9. (a)에 Q&T 처리만 진행한 시험편의 볼의 마모흔적은 470.5 μm 트랙의 폭은 약 411.2 μm로 측정되었다. 일반질화 조건 시험편의 경우는 508.5 μm 트랙의 폭은 약 504.0 μm가 측정되었고 Fig 9.

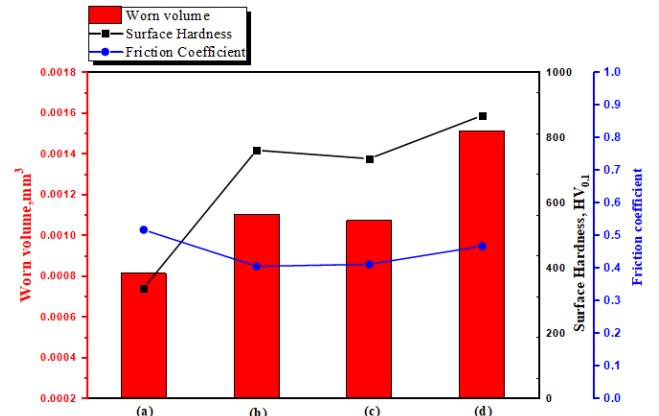


Fig. 10. Worn volume of ball of specimens of the as Q&T and gaseous nitrided with different gas condition, with a reference to the surface hardness and friction coefficient.

(b), 연질화 조건 시험편의 경우는 볼의 마모흔적은 505.0 μm 트랙의 폭은 약 476.2 μm로 측정되었다 Fig 9. (c). 제어질화 조건 시험편의 경우는 볼의 마모흔적은 550 μm 트랙의 폭은 약 517.8 μm로 측정되었으며 Fig 9. (d), 마모시험의 총 결과를 도출하여 표 3에 나타내었다. Fig 10과 같이 비교하면 일반질화, 연질화의 시험편 보다 제어질화 시험편에서 마모 볼의 손실된 부피량이 가장 크게 나타났고 마모가 가장 많이 일어난 것을 확인할 수 있었다.

Fig 11은 각 시험편 표면에 조도 측정을 통하여 평균 거칠기 (Ra)값을 나타낸 결과이다. 일반적으로 질화처리 후 형성되는 화합물층의 지형이 변화하여 시험편 표면의 거칠기에 영향을 준다. 시험편 Fig 11. (a)에서 Ra는 0.0316 μm가 측정되었고, 일반질화 시험편의 Ra는 0.0778 μm Fig 11. (b), 연질화 시험편의 Ra는 0.0907 μm로 Ra값이 증가하는 것이 확인되었다 Fig

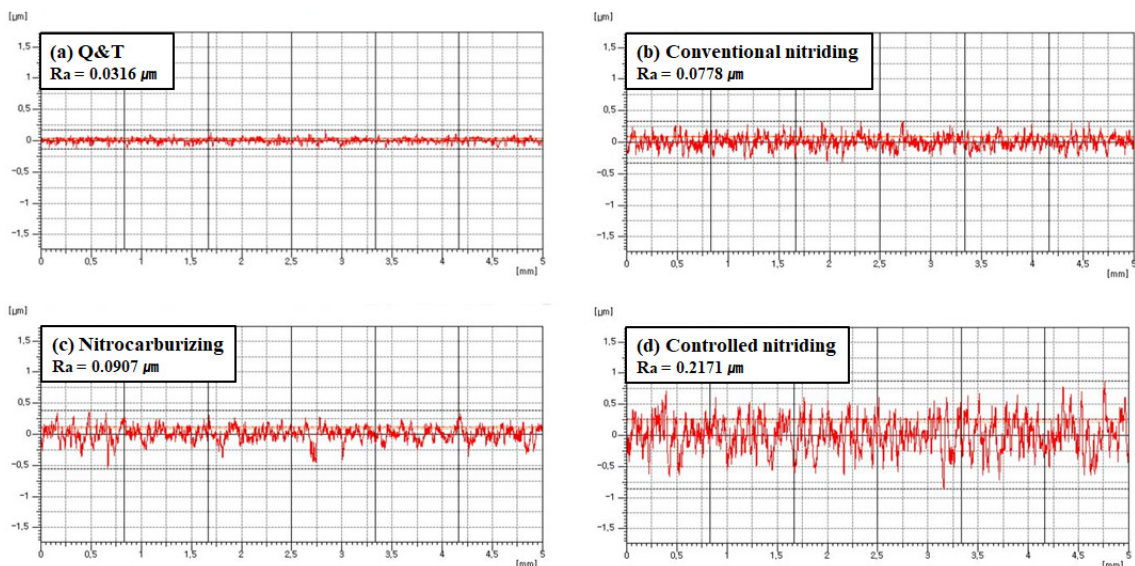


Fig. 11. Surface roughness profiles of AISI 4115 for as Q&T and nitride specimens of different gas condition.

11. (c). 특히 제어질화 시험편의 Ra는 0.2171  $\mu\text{m}$ 로 가장 높은 값이 측정 되어 표면 거칠기가 가장 높은 것을 확인할 수 있었다 Fig 11. (d).

#### 4. 고 찰

본 연구에서는 AISI4115 기계구조용 합금강의 가스 분위기의 질화공정에 따른 조직 및 물성 변화가 마모 특성에 미치는 연구를 진행하였다. 일반질화, 연질화, 제어질화 3가지 질화 조건으로 가스 분위기를 다르게 형성하였으며 화합물층의 두께는 약 10  $\mu\text{m}$ , 경화깊이는 0.3mm로 동일하게 형성되는 조건으로 진행하였다. 마모특성에 큰 영향을 미치는 것중 하나는 표면경도이다. 3가지 질화 조건 후 각 조건 시험편 표면경도는 일반질화 및 연질화 시험편은 약 740~750 HV<sub>0.1</sub>로 측정되었고, 제어질화 시험편은 약 860 HV<sub>0.1</sub>로 3가지 질화 조건중 가장 우수한 표면경도를 나타내었다. 질화 가스분위기에 따라서 질화포텐셜 ( $K_N$  = Nitriding potential)이 달라지고  $K_N$ 은 표면에 형성되는 상분율 및 다공의 형성에 영향을 미친다고 보고되었다[25]. 상분율을 비교 분석하기 위한 EBSD 분석 결과 일반질화 및 연질화 조건 시험편에서는  $\epsilon$ 상 및  $\gamma'$ 상이 혼합되어 이루어져 있었고,  $\epsilon$ 상이 약 60~65%로 분율이 더 높게 나타난 것을 확인할 수 있었다. 일반질화는 보통 수소분압의 제어가 안되기 때문에  $K_N$ 이 제어되지 않고 2~5 정도의 높은  $K_N$ 영역에서 질화가 된다. Lehrer diagram에 따르면  $K_N$ 이 높을수록  $\epsilon$ 상이 안정적으로 형성되기 때문에 일반질화는  $\epsilon$ 상이 많이 형성되었다. 연질화는 탄화가스에서 분해되어 나오는 C에 의해서  $\epsilon$ 상이 안정화되는 영역이 넓어져서  $\epsilon$ 상의 형성이 촉진된다 [14]. 제어질화는  $\gamma'$ 상이 약 80%로  $\epsilon$ 상보다 더 높은 상분율이 측정되는 것을 확인할 수 있었다. Lehrer diagram에서  $K_N$ 이 1.0일 때는  $\gamma'$ 상이 안정적인 영역으로  $\epsilon$ 상보다  $\gamma'$ 상이 많이 형성된 것이 확인되었다. 위 결과는 가스분위기에 따른 화합물층 성장 거동에 대한 과거 연구결과에 따르면 제어질화시  $K_N$ 에 따라  $\gamma'$ 상이 증대 및 감소하는 것이 확인 되었다 [26]. 게다가 가스분위기에 따라서 다공의 형성이 일어나는데. 보통 다공의 형성 메커니즘은 질화시 표면에 과포화된 질소 함량으로 질소원자의 재결합으로 인해 형성된다. 다공이 많아짐에 따라 형성되는 다공질층은 표면경도를 감소시키는데 큰 영향을 미친다고 과거 연구에 보고되어있다[27]. 따라서 일반질화나 연질화에

서 다공발생이 많아질 수 있다.

실제로 SEM 분석 결과 일반질화, 연질화 조건의 시험편의 표면에 형성된 화합물층에서 다공질층 분율이 약 46%가 형성되었고 제어 질화 시험편 표면의 화합물층에서는 약 13%가 형성된 것을 확인할 수 있다. 이에따라 동일한 화합물층 두께의 조건에서 제어질화 시험편의 화합물층에 형성된 다공질층 분율이 가장 낮게 형성되었다. 일반질화 및 연질화 시험편의 표면은  $\epsilon$ 상 분율이 높음에도 불구하고 높은 다공질층 분율에 의해 표면경도 감소에 큰 영향을 받은 것이 확인되었다. 이러한 가스분위기에 따른 표면 조직 상태는 마모 특성과 깊은 관련이 있고, 이외에도 마모특성에 영향을 미치는 것은 마찰계수이다. 마모 시험 결과 Q&T 처리된 시험편의 마찰 계수가 0.52로 가장 높게 측정되었다. 일반질화 및 연질화 시험편의 마찰계수는 0.40, 제어질화 시험편의 마찰계수는 0.45로 측정되었다. 가스 분위기에 따라 질화된 시험편의 마찰계수는 비슷하게 측정되었고 Q&T처리된 시험편보다 마찰계수가 낮게 측정된 것이 확인되었다.

일반적으로 질화층의 내마모 특성은 마찰 계수 및 표면경도가 큰 영향을 미치지만 최외각 표면층 거칠기 등의 요인에 의해서도 영향을 받는다 [28-30]. 특히 표면층의 거칠기는 마모시험에서 초기 마찰계수의 불안정한 값으로 측정되다가 마찰계수에 직접적인 영향을 주며 마모특성을 변화시킨다. Fig 8의 실험결과에서도 알 수 있듯이 제어질화의 경우 화합물층 최표면의 영향을 가장 많이 받는 초기 마모거리 (30 m)에서는 마찰계수가 0.40 으로 높게 나타났다. 그러나, 그 이후에는 마모에 의해 표면 거칠기가 비교적 일정해지며 마찰 계수가 0.45로 안정화 되는 것을 확인할 수 있다. 즉, 질화된 시험편의 표면 평균 거칠기(Ra)의 영향은 마모 거리의 초반에만 영향을 주는 것을 확인할 수 있다.

위 결과를 바탕으로 질화층의 내마모성은 표면경도 및 마찰계수의 영향을 받지만 가장 중요한 요인으로 질화시 필연적으로 생성되는 다공질층이 내마모성에 미치는 영향이 지대함을 알 수 있었다. 따라서 실제 내마모성을 비교하기 위해 마모볼의 손실된 마모량을 비교한 결과 제어질화 시험편의 마모 볼 손실된 부피가 가장 크게 나타나 마모가 가장 많이 일어난 것을 확인할 수 있었다. 일반적으로  $\epsilon$ 상 질화물층은 경도 향상으로 인해 내마모성을 향상 시킨다고 보고되었다 [31,32]. 하지만 본 연구의 일반질화, 연질화 시험편 표면의 화합물층에 비교적 높은 다공질



층 분율로 표면경도가 감소하여 내마모성을 저하시키는데 영향을 미쳤다. 제어질화 시험편의 화합물층은 다공질층 분율이 최소화되어 표면경도가 가장 우수하였다. 게다가  $\gamma'$ 상 분율이 약 80%로 많이 형성되어서 높은 인성을 가지는 화합물층을 형성하여 외력을 받아도 쉽게 부식되지 않는 화합물층이 형성되었다. 위와 같은 결과로 제어질화로 형성된 화합물층이 마모에 대한 저항력이 높아 내마모성이 가장 우수하게 나타난 것으로 사료된다.

## 5. 결 론

본 연구를 통하여 AISI 4115 소재에 화합물층 두께, 유효경화깊이가 동일한 조건에서, 3가지 조건의 질화방법에 따라 마모거동에 미치는 영향을 조사하였고 다음과 같은 결론을 도출하였다.

- 1) 일반질화, 연질화 시험편의 경우 표면경도 값은 약 740~750 HV<sub>0.1</sub>가 측정되었고, 제어질화 조건은 약 860 HV<sub>0.1</sub>가 측정되었다. K<sub>N</sub>이 제어된 제어질화 시험편의 표면경도가 가장 우수한 것을 확인할 수 있었다.
- 2) 조직관찰을 통해 3가지 조건의 시험편 모두 약 10  $\mu$ m 두께의 화합물층과 0.3mm 정도의 유효경화층이 동일하게 형성된 것을 확인하였다. XRD 및 EBSD 분석으로 자세한 상 분석을 측정한 결과 일반질화 및 연질화 조건에서는  $\epsilon$ 상 및  $\gamma'$ 상이 혼합되어 이루어져 있으며  $\epsilon$ 상이 약 60~65%로  $\epsilon$ 상이 약간 더 높은 상분율이 측정되었고, 제어질화 조건에서는  $\gamma'$ 상이 80%로  $\epsilon$ 상보다 더 높은 상분율이 측정되었다. K<sub>N</sub>제어를 통해 형성된 화합물층은 Lehrer digram의 결과와 일치함을 확인할 수 있었다.
- 3) 가스 분위기에 따른 질화 공정 후 각 시험편 표면에 형성된 화합물층은 과포화된 질소 함량으로 인해 다공질층이 형성되었다. K<sub>N</sub>이 제어가 안되는 일반질화 및 연질화 시험편의 화합물층은 다공질층 분율 약 46%가 형성되었다. 제어질화 시험편의 화합물층은 다공질층 분율 약 13%로 일반질화 및 연질화보다 약 3~4배 낮게 형성되었다.
- 4) Ball-On-Disk 마모시험 결과에서 Q&T 처리

의 마찰 계수가 0.52로 가장 높게 측정되었으며 일반질화 및 연질화 마찰계수는 0.40, 제어질화는 0.45로 질화 된 시험편 모두 내마모성이 향상된 것이 확인되었다. 마모볼(SiC)의 마모흔적으로 손실량을 계산한 결과 일반질화, 연질화 조건 시험편에 형성된 화합물층의 다공질층 분율 보다 제어질화 시험편 화합물층의 다공질층 분율이 낮아 표면경도의 감소가 일어나지 않았다. 따라서 높은 표면경도로 인해 마모 볼 손실된 부피가 가장 크게 나타나 마모가 가장 많이 일어나 제어질화 조건 시험편의 내마모성이 가장 우수한 것이 확인되었다.

## References

- [1] Cavallaro, Giuseppe P., et al. Bending fatigue and contact fatigue characteristics of carburized gears, *Surface and Coatings Technology* 71.2 (1995): 182-192.
- [2] 조균택, et al. "쇼트피닝과 이온질화를 이용한 H13 강의 표면경화." 한국표면공학회 학술발표회 초록집 (2011): 122-122.
- [3] Spies, H-J., et al. PVD hard coatings on prenitrided low alloy steel, *Surface and Coatings Technology* 60.1-3 (1993): 441-445.
- [4] Genel, Kenan, Mehmet Demirkol, and Mehmet Capa. Effect of ion nitriding on fatigue behaviour of AISI 4140 steel, *Materials Science and Engineering: A* 279.1-2 (2000): 207-216.
- [5] Bader, M., et al. Properties of duplex treated (gas-nitriding and PVD-TiN, -Cr2N) low alloy steel, *Surface and Coatings Technology* 98.1-3 (1998): 891-896.
- [6] Ashrafizadeh, F. Influence of plasma and gas nitriding on fatigue resistance of plain carbon (Ck45) steel, *Surface and Coatings Technology* 174 (2003): 1196-1200.
- [7] Zhecheva, A., Savko Malinov, and Wei Sha. Titanium alloys after surface gas nitriding, *Surface and Coatings Technology* 201.6 (2006): 2467-2474.

- [8] Baranowska, J., and M. Wysiecki. Influence of surface pretreatment on case formation during gaseous nitriding, *Surface and Coatings Technology* 125.1-3 (2000): 30-34.
- [9] 손석원, and 이원범. "고온 가스 질화와 저온 가스 질화 방법에 따른 AISI 410 마르텐사이트 스테인레스강의 경화층 및 마모 특성." *한국표면공학회지* 51.4 (2018): 249-255.
- [10] Hoppe, Steffen. Fundamentals and applications of the combination of plasma nitrocarburizing and oxidizing. *Surface and Coatings Technology* 98.1-3 (1998): 1199-1204.
- [11] WANG, Bo, et al. Effect of nitrated-layer microstructure control on wear behavior of AISI H13 hot work die steel. *Applied Surface Science*, 431 (2018): 39-43.
- [12] KARAOĞLU, Serdar. Structural characterization and wear behavior of plasma-nitrated AISI 5140 low-alloy steel. *Materials Characterization*, 49.4 (2002): 349-357.
- [13] Somers, M. A. J., and E. J. Mittemeijer. Formation and growth of compound layer on nitrocarburizing iron: kinetics and microstructural evolution, *Surface engineering* 3.2 (1987): 123-137.
- [14] DU, Hong; SOMERS, Marcel AJ; AGREN, John. Microstructural and compositional evolution of compound layers during gaseous nitrocarburizing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31.1 (2000): 195-211.
- [15] Lee, Kou Hyun, et al. Effect of post-oxidizing time on corrosion properties of plasma nitrocarburized AISI 1020 steel, *Materials letters* 57.13-14 (2003): 2060-2065.
- [16] WOHRLE, T.; LEINWEBER, A.; MITTEMEIJER, E. J. Microstructural and phase evolution of compound layers growing on  $\alpha$ -iron during gaseous nitrocarburizing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 43.7 (2012): 2401-2413.
- [17] Somers, Marcel AJ, and Eric J. Mittemeijer. Layer-growth kinetics on gaseous nitriding of pure iron: Evaluation of diffusion coefficients for nitrogen in iron nitrides, *Metallurgical and Materials Transactions A* 26.1 (1995): 57-74.
- [18] Spies, H-J., H. Le Thien, and H. B. Biermann. Controlled nitriding, *Metal science and heat treatment* 46.7 (2004): 272-276.
- [19] Yang, M., et al. Modeling the gas nitriding process of low alloy steels, *Journal of Materials Engineering and Performance* 22.7 (2013): 1892-1898.
- [20] Umeda, Takaaki, and Kazuo Miyabe. Development of manufacturing technology for nitriding processes using nitriding potential control. Vol. 60. No. 167. KOMATSU Technical Report, 2014.
- [21] Somers, Marcel AJ. Development of Compound Layer and Diffusion Zone during Nitriding and Nitrocarburizing of Iron and Steels, *Comprehensive Materials Processing*. Elsevier, 2014. 413-437
- [22] Hiraoka, Yasushi, and Akihiro Ishida. Effect of Compound Layer Thickness Composed of  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N on Rotated-Bending Fatigue Strength in Gas-Nitrated JIS-SCM435 Steel, *Materials Transactions* 58.7 (2017): 993-999.
- [23] Widi, Komang Astana, et al. White Layer Control on AISI 316L Using Temperature and Gas Nitriding Diffusion Stage Process, *International Review of Mechanical Engineering (I. RE. ME)*, 11.8 (2017): 613-618.
- [24] Zhou, Z. A., et al. Analysis of gas nitriding characteristics under different cold hardening and nitriding pressure conditions for low-carbon low-alloy steel, *Strength of Materials* 50.1 (2018): 211-217.
- [25] Le, Ngoc Minh, et al. Effect of Nitriding Potential KN on the Formation and Growth of a "White Layer" on Iron Aluminide Alloy, *Metallurgical and Materials Transactions B* 52.1 (2021): 414-424.
- [26] Maldzinski, L., et al. New possibilities for controlling gas nitriding process by simulation

- of growth kinetics of nitride layers, *Surface Engineering* 15.5 (1999): 377-384.
- [27] Schneider, RS E., and Heribert Hieber. Influence of increased nitriding temperatures on the hardness profile of low-alloy steels. *Journal of materials science* 33.7 (1998): 1737-1744.
- [28] Ghelloudj, Elhadj, Mohamed Tahar Hannachi, and Hamid Djebaili. Effect of salt bath nitriding on surface roughness behaviour of AISI 4140 steel. *Acta Metall. Slovaca* 23 (2017): 45-54.
- [29] Menezes, Pradeep L., and Satish V. Kailas. Influence of roughness parameters on coefficient of friction under lubricated conditions. *Sadhana* 33.3 (2008): 181.
- [30] Binder, C., et al. Effect of nature of nitride phases on sliding wear of plasma nitrided sintered iron., *Wear* 332 (2015): 995-1005.
- [31] Peng, Tiantian, et al. Phase constitution control of plasma nitrided layer and its effect on wear behavior under different loads, *Surface and Coatings Technology* 403 (2020): 126403.
- [32] Wang, Bo, et al. Effect of nitrided-layer microstructure control on wear behavior of AISI H13 hot work die steel, *Applied Surface Science* 431 (2018): 39-43.