할로우 캐소드 방전에 의한 금속소결부품의 질화처리에 관한 연구

김영철* · 한창석**†

*한국과학기술정보연구원, **호서대학교 국방과학기술학과

A Study on the Nitriding of Sintered Metallic Components by Hollow Cathode Discharge

Y. C. Kim*, C. S. Han**†

*Korea Institute of Science and Technology Information, Reseat Program, Daejeon 305-806, Korea

**Dept. of Defense Science & Technology, Hoseo University,
165 Sechul-Ri, Baebang-Myun, AsanCity, Chungnam 336-795, Korea

Abstract An apparatus was constructed to nitrify small metallic sintered components by using a hollow-cathode discharge plasma method. A stainless steel basket, which contains a sintered part to be nitrified, is potentially grounded and serves as hollow-cathode electrode. Hollow-cathode plasma was produced by supplying the positive voltage to the anode. In this study sintered carbon iron and stainless steel were used as testing specimens. It was shown that an effective nitrifying took place by controlling the total pressure of nitrogen and hydrogen gas and applied voltage.

(Received February 9, 2012; Revised February 24, 2012; Accepted March 7, 2012)

Key words: Nitrify, Hollow-cathode discharge, Metallic sintered components, Total pressure

1. 서 론

기계부품의 표면경화법의 하나로 질화법이 있다. 질화법은 피로강도 향상에 매우 효과적이며, 가스질화 및 플라즈마 질화 등이 이용되고 있다. 플라즈마 질화법은 질소가스를 포함한 저압 분위기에서 피처리품을 음극으로 하여 글로우방전을 발생시켜 질화시키는 방법이다[1, 2]. 가스질화법 보다 단시간에 처리할 수 있는 이점이 있지만, 작은 소결부품에 적용하기에는 어려움이 있다. 그 이유로서, 소결부품에 대해서는 저가로 질화처리 할 수 있는 방법이 요구되기 때문이다. 그래서 저자들은 플라즈마 질화보다 효율적인 처리방법을 검토하기 위하여 이하의 2가지 점에 착안하였다. 첫 번째로, 일반적으로 플라즈마 질화처리에서는 양극을 챔버 벽으로 하고, 음극에(-) 전압을 인가하여 글로우방전을 발생시키지만, 피처리품은 음극 위에 놓여지기 때문에 피처리품의 반송장치를 전기적으로 절연시켜야 하므로 장치의 구성이 복잡해진다. 두 번째로는, 보조 음극을 이용하여 할

로우 캐소드 방전을 발생시켜 처리시간을 단축할 수 있다는 보고[3]가 있다. 본 연구에서는 이와 같은 점에 입각하여 작은 소결부품의 반송이 용이하고, 또한 질화처리를 신속하게 하기 위한 장치를 개발하기 위하여 실험용 플라즈마 질화장치를 제작하여 실험을 진행하였다. 제작한 시험용 장치의 주요한 특징은, 양극에 (+)전압을 인가하고, 접지시킨 스테인리스 바스켓 내에 할로우 캐소드 방전을 발생시켜 질화처리하는 구조로 한 것이다.

2. 실험방법

2.1 장치 구성

시험 제작장치는 Fig. 1(a)와 같이 링 형태의 양극과 아래 부분에 설치한 할로우 캐소드 방전의 음극으로 작용하는 스테인리스 바스켓으로 구성하였으며, 피처리품은 스테인리스 바스켓 내에 위치시켰다. 스테인리스 바스켓은 철선을 이용하여 매달았으며, 챔버 외부에서 접지시켜 장치 본체와는 전기적으로 절

†Corresponding author. E-mail : hancs@hoseo.edu

Fig. 1. Plasma nitriding apparatus, sketch diagram (a) and stainless steel baskets (b).

연된 상태이다. 본 실험에서는 내경이 다른 2종류의 스테인리스 바스켓에 대하여 조사하였다. 실험에 사용한 스테인리스 바스켓의 형상 및 치수는 Fig. 1(b)와 같다. 스테인리스 바스켓의 바닥부분에는 가스의 흐름을 고려하여 직경 6 mm(Fig. 1(b)의 ⑤)의 구멍을 설계하였다. 또, 직경 1 mm, 깊이 2 mm의 구멍을 뚫어 온도측정을 위한 CA 열전대를 부착하였다. 챔버 외부에는 바스켓의 중심축방향으로 자장을 발생시키기 위하여 전자코일을 감았다.

2.2 방전현상 관찰

스테인리스 바스켓의 내경과 가스압력 간의 조건이 적절하면 할로우 캐소드 방전이 바스켓 내부에서 발생한다[4]. 할로우 캐소드 방전이 발생하면 할로우 전극 내부에서 매우 강한 발광이 나타난다. 그래서 할로우 캐소드 방전의 발생을 확인하기 위하여 2종류의 바스켓에 대하여 피처리품이 없는 상태에서 내부 발광의 모습을 관찰하였으며, 특히 방전이 발생하였을 때의 압력변화에 대한 방전전류의 변화를 측정하였다. 내경 24 mm의 바스켓 (바스켓 A)에 시료1을 위치시켜 방전에 대한 바스켓 및 시료1의 온도와 방전전압, 전자코일전류와의 관계를 조사하였다. 시료1의 온도측정은 시료1의 측면에 구멍을 만들어 CA 열전대를 삽입하여 측정하였다.

2.3 시료

본 실험은 작은 소결부품을 위한 플라즈마 질화법

의 개발이 목표이기 때문에 사용한 시료는 질화용강이 아닌 다음과 같은 2종류의 소결부품을 이용하였다. 시료1은 직경 10.5 mm인 기계구조부품용 소결재료 SMF3(탄소강 재질)이며, 시료2는 내경 3 mm, 외경 11 mm, 두께 4.3 mm인 소결 스테인리스강(SUS304L) 원통부품을 이용하였다. 2종류의 시료는 성형 후, 시료1은 N_2 및 H_2 가스, 시료2는 NH_3 를 분위기 가스로 이용하여 소결한 것이며, 플라즈마 질화 시에는 특별한 전처리는 행하지 않았다.

2.4 플라즈마 질화처리

플라즈마 질화처리 조건 및 순서는 다음과 같다. (1) 내경 24 mm인 바스켓(바스켓 A) 내부에 피처리품을 위치시켰다. (2) 챔버 내부를 로터리펌프로 1.3 Pa까지 배기시킨 후 H_2 가스를 39 Pa까지 주입하였다. (3) 챔버 내부의 압력이 104 Pa에 도달할 때까지 N_2 가스를 주입하여 일정한 압력이 되도록 유지시켰다. (4) 양극에 480 V를 인가하여 할로우 캐소드 방전을 발생시켰다(질화가 더욱 잘 진행되게 실험1에서 측정 한 범위보다 전압을 상승시킴). (5) 전자코일에는 4A를 인가하였다 (이 조건에서의 방전전류는 160 mA이며, 자장을 발생시키지 않은 경우에 비해 60 mA 증가하였고, 바스켓 부근의 자장을 별도로 측정하였을 때 2.8×10^2 Torr이었다). (6) 질화처리시간은 3시간으로 하였으며, 바스켓의 측면을 CA 열전대로 측정한 온도는 약 780 K이었다. (7) 질화처리 후, 가스주입을 멈추고 챔버 내부를 로터리펌프로 배

기하면서 서냉하였다.

2.5 경도측정과 조직관찰

질화상태를 조사하기 위하여 마이크로 비커스경도 측정(load 100 g)을 하였다. 시료를 샌드페이퍼로 1 mm 정도 연마하여 시료 단면으로부터 동일한 깊이의 위치에서 10회 측정하여 평균값을 경도값으로 하였다. 또 화합물층의 확인과 질화층의 깊이분포를 조사하기 위하여 현미경을 이용하여 조직을 관찰하였다. 탄소강 소결품인 시료1의 에칭용액으로는 5% Nital 용액을, 스텐인리스강 소결품인 시료2는 왕수+CuCl 포화용액을 이용하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 할로우 캐소드 방전의 발생

내경 24 mm인 바스켓(바스켓 A)을 설치하고, N₂ 가스만을 133 Pa까지 주입시킨 후, 양극에 400V를 인가하면 바스켓 내부에서 질소가스 특유의 분홍빛을 띤 강한 발광이 나타났다. 바스켓 주변에도 발광이 나타났지만, 발광강도는 미약하였으며, 챔버 외부에 감은 전자코일에 인가하는 전류를 높이면 바스켓 주변의 발광강도는 증가하였다. 그러나 바스켓 내부의 발광강도 변화는 없었다. 그 다음, 챔버 내부의 N₂ 가스압력을 서서히 증가시키고 다시 감소시켰을 때의 방전전류변화를 조사하였으며, 결과를 Fig. 2에 나타내었다. 8 Pa 부근에서 방전전류가 급격히 증가하는 경향을 나타내었으며, 그 보다 더욱 압력이 높아져도 증가하는 경향은 나타나지 않았다. 이러한 경향은 내경 16 mm인 바스켓(바스켓 B)에서도 동일한 경향이 관찰되었다. 이와 같은 결과는 글로우방전만의 경우와 양상이 다르다. 그래서 가스압력이 약 10 Pa보다 높은 경우에 바스켓 내부에서는 할로우 캐소드 방전이 일어나며, 바스켓 주변에서는 글로우방전이 발생한다고 판단하였다.

3.2 바스켓과 피처리품의 온도

Fig. 3은 방전이 일어났을 때의 바스켓 및 시료1(탄소강 소결품)의 온도와 방전전압, 전자코일전류와의 관계를 조사한 결과이다. 방전전압을 증가시키면 바스켓 및 시료1의 온도는 함께 증가하며, 시료1의

Fig. 2. Discharge current as a function of total gas pressure.

Fig. 3. Variations of temperature for the sintered components of carbon iron (solid line) and for the basket (dotted line). ○ : coil current 0A, ● : coil current 4A.

온도는 바스켓 온도보다 모든 조건에서 100 K 정도 높은 결과를 나타내었다. 또한, 전자코일에 4A의 전류를 흘린 경우에는 시료1의 온도상승이 뚜렷하고, 질화처리에 필요한 770 K 정도가 가능한 것을 알 수 있다. 바스켓은 서로 마주보는 벽면 때문에 내부의 복사손실을 감소시키는 효과가 있다고 판단되며, 따라서 바스켓 주변에 발생한 글로우방전이 자장에 의해 강하게 되어 바스켓을 더욱 고온까지 가열하기 위해 피처리품의 온도가 상승하였다.

Fig. 4. Hardness distribution curves of the sintered components of carbon iron, as sintered (●) and nitrided (○).

Fig. 5. Microstructure of the sintered components of carbon iron after nitriding.

3.3 질화층의 검토

질화처리 후, 소결재료의 표면은 시료1 및 시료2 모두 질화처리 특유의 회색을 나타내었다. Fig. 4는 탄소강 소결품인 시료1에 대한 경도측정 결과이다. 질화층이 형성된 표면으로부터 0.5 mm 부근까지 경도가 상승한 것을 알 수 있는데, 이것은 탄소강 분말의 소결품이기 때문에 질소의 고용강화에 의해 경도가 상승하였다고 판단된다[5]. Fig. 5는 질화처리한 탄소강 소결품의 단면조직 사진이다. Fig. 5에 나타난 현미경 조직사진으로부터 4 μ m 정도의 두께를

Fig. 6. Microstructure of the sintered components of stainless steel after nitriding.

갖는 층이 확인되었으며, 미처리품에서는 이와 같은 층은 전혀 나타나지 않았기 때문에, 이 층은 화합물 층이라고 판단하였다. 화합물층은 질화처리 시, 가장 바깥쪽 표면에 존재하는 수 μ m의 층이며, 그 밑에 있는 확산층도 모재보다 경도가 높다. 이러한 점으로부터 시료1은 질화되었다고 판단하였다. 시료2에서는 표면에서 0.1 mm 정도의 깊이에서 Hv250 정도의 경도값을 나타내었으며, 미처리품과 큰 차이가 없었다. 그래서 가장 바깥쪽 표면에서 0.01 mm의 위치에서 누프경도 측정을 실시하였으며, 이때 압입자의 장축방향을 원통표면에 평행하게 하였다. 10회 측정의 평균값으로 Hk815를 얻었다. 중심부에서는 약 Hk310으로 경도값의 상승을 확인하였다. Fig. 6은 질화처리한 스테인리스강 소결품의 단면조직 사진이다. Fig. 6에 나타난 현미경 조직사진으로부터 2 μ m 정도의 두께를 갖는 화합물층 또는 질화층이라고 판단되는 층이 관찰되었다. 시료1에 비해 매우 얇은 바깥쪽 표면만이 질화되었다고 추정되지만, 질화된 깊이는 합금원소에 따라 다르고, 피처리품이 Cr을 함유한 경우에는 질화된 깊이가 얕아진다[5, 6]는 보고와 일치하며, 시료2도 장시간처리에 의해 질화된다. 소결품의 표면은 얇은 산화물층으로 피복되어 질소의 침입을 방해한다. 특히 시료2는 표면이 산화크롬 막으로 피복되어 있기 때문에 질화시키기 어렵다고 판

단된다. 그래서 다음과 같은 실험을 실시하였다. 시료2를 바스켓 내에 위치시키고, 수소가스만으로 방전시켜 20분 동안 처리한 결과, 원통표면은 매끈한 금속광택을 나타내어, 소결품의 표면상태와 뚜렷한 차이를 보였다. 따라서 플라즈마 질화에 수소가스를 혼합하면 표면의 산화물층을 환원시켜 제거할 수 있다고 생각된다.

4. 결 론

1. 양극에 (+)전압을 인가하여 접지시킨 스테인리스 원통 내에 할로우 캐소드 방전을 발생시키는 것에 의해 소결부품에 대한 질화처리가 가능하였고, 소결품의 전처리 는 필요하지 않다.
2. 소결품은 접지전위임에도 불구하고 음극에 위치

된 것과 같기 때문에 전기적으로 (-)전위로 할 필요가 없으며, 따라서 바스켓과 음극 및 피처리품의 반송장치를 모두 접지전위로 한 장치구성이 가능하다.

참고문헌

1. N. Daemi, F. Mahboubi and H. Alimadadi : Materials & design, **32** (2011) 971.
2. K. Nagatsuka, A. Nishimoto and K. Akamatsu : Surf. & Coat. Tech., **205** (2010) 295.
3. W. Congzeng, S. Xuekuan and M. Jie : Powder Metal. Tech., **18** (2000) 187.
4. S. Zheng, X. Liao and G. Sun : Nuclear Tech., **22** (1999) 103.
5. T. Takase, Y. Nakamura and M. Sumitomo : J. Japan Inst. Metals, **40** (1976) 663.
6. T. Hirsch, T. G. R. Clarke and A. S. Rocha : Surf. & Coat. Tech., **201** (2007) 6380.