

WS₂ 고체윤활제의 양산 및 적용

신 동우, 최 인혁*, 윤 대현, 김 경도

경상대학교 재료공학부 무기복합재료연구소, 경남 진주 660-701

* FAG 한화베어링(주) 연구소, 경남 창원 641-050

Mass-production of WS₂ Solid Lubricant and Its applications

Dong-Woo Shin, In-Hyuk Choi*, Dae-Hyun Yoon and Kyeong-Do Kim

Ceramic Matrix Composites Lab., Kyongsang National University,

Division of Materials Science and Engineering, Kyongnam, Chinju 660-701, Korea

* FAG Hanwha Bearings Corp., R&D, Kyongnam, Changwon 641-050, Korea

ABSTRACT

The processing conditions for the mass production of platelet WS₂ lubricant powder were optimized. The mixture of tungsten and sulfur powders was sealed in a vacuum of 10⁻³ torr and heat-treated at 850°C for 2 h. The internal pressure of reaction chamber was maintained at certain level by controlling the release valve automatically. The reaction product was the platelet WS₂ powder with an average size of 15 μm. The synthesized WS₂ powder was then coated on the wiper-blade of automobiles and the commercial deep-grooved ball bearing using wet and dry coating methods, respectively. High lubricity and wear resistance of wet coated wiper-blade were confirmed by the life test of 70,000 cycles. The life-time of the ball bearing assembled after WS₂ coating onto each part increased 50 times compared to the non-coated ball bearing.

Key words : Mass production, WS₂ lubricant, Wiper-blade of automobiles,
Deep-grooved ball bearing, Wet coating method

1. 서론

WS₂ 고체윤활제는 1960년대 말 NASA의 가장 성공적인 우주 개발계획의 하나였던 마리너 우주선에 적용하여 우수한 윤활

특성을 확인한 바 있다. 극한환경에서 윤활효과를 나타내어 마찰계수를 감소시키고 마모수명을 향상시키는 것이 확인된 후, 주로 항공 및 국방산업에 적용되었다[1-2]. 1984년 이후 일반 산업계로 적용범위를 넓

혀가고 있으며, 현재 미국이나 일본에서는 WS_2 고체윤활제를 정밀기계류 및 각종 접동 부품 등에 광범위하게 적용하고 있다. WS_2 고체윤활제는 MoS_2 에 비하여 마찰계수가 낮고 산화온도가 높은 장점이 있다. 또한 상온에서 금속 표면에 직접 건식 코팅이 가능하다. 국내에서는 건식 고체윤활제를 전량 수입에 의존하고 있으며, 높은 수입원료 가격과 코팅 비용으로 연관 기계 부품에 광범위하게 적용하지 못하고 있다. 제조업의 기술 고도화 추세에 따라 정밀기계류, 고부가 가치 제품의 수요가 증대되고 있으며 이에 따라 건식 고체윤활제의 수요 또한 증대되고 있다.

본 연구의 목적은 보다 우수한 윤활특성을 나타내는 WS_2 고체윤활제의 양산조건을 획득하고, 양산 조건에서 제조한 WS_2 고체윤활제를 각종 접동부품에 코팅하여 윤활성 및 내구성을 규명하는데 있다. 이를 위하여, 먼저 고온 금속캔을 사용하여 제조조건을 획득한 후 대형 진공 반응용기를 사용하여 WS_2 고체윤활제를 합성하였다. 합성한 WS_2 를 습식 코팅 방법으로 자동차용 wiper-blade에 코팅한 후 7만회의 내구성 시험을 거쳐 그 적용성을 시험하였다. 또한 상용 구름베어링에 건식 코팅하여 코팅조건에 따른 내구성을 시험하였다.

2. 실험방법

2.1. 구리캔을 이용한 WS_2 합성

본 연구실에서 선행된 Quartz tube를 이용한 합성 방법[3]은 고가의 quartz tube의 사용과 소량의 합성으로 비용이 많이 들어가는 단점이 있다. 염가로 다량의

WS_2 분말을 합성하기 위하여, Fig. 1과 같이 지름 80mm, 길이 120mm의 구리캔을 제작하여 합성을 시도하였다. 먼저 플라스틱 용기에 텅스텐(순도 >99.9%, 평균입도 $0.64 \mu m$, 대한중석(주))과 황(순도 >99.5%, 미원상사(주))을 일정한 물비로 투입하고 테프론 볼을 장입한 후, 건식 회전 혼합 방식으로 24 시간 혼합하였다. 혼합분말을 제작한 구리캔 속에 장입하고 진공으로 유지한 다음 산소-프로판 토치로 가열하여 연화시킨 후 가압하여 밀봉하였다. 밀봉한 후 $850^\circ C$ 에서 열처리 시간을 달리하여 열처리하였다.

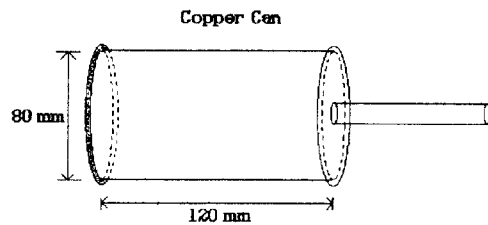


Fig. 1. Schematic of copper can for the synthesis of WS_2

2.2. 진공 반응장치를 이용한 WS_2 양산

WS_2 고체윤활제의 양산을 위하여, 원료분말 투입 후 진공을 유지할 수 있는 진공펌프와 반응이 진행되는 동안 자동적으로 일정한 압력을 유지할 수 있는 고압장치로 구성하여 진공 밀봉한 quartz tube의 효과를 나타낼 수 있는 반응장치를 구성하였다. 반응용기에 W와 S의 혼합 분말을 장입하고 진공 상태에서 밸브를 잠근 후, $5^\circ C/min$ 의 속도로 가열하였다. $850^\circ C$ 까지

열처리하는 동안 압력조절 밸브의 개폐에 의해 반응용기의 내압을 일정하게 유지시키며 반응시켰다. Fig. 2에 이를 위하여 사용한 합성장치의 실제사진을 나타내었다. XRD, SEM, 입도분석기를 이용하여 반응생성물의 결정상, 형상, 입도 등을 분석하였다.



Fig. 2. Pilot-plant for the mass production (50kg/day) of WS_2

2.3. Wiper-blade 및 구름베어링 적용

강한 결합력을 가진 WS_2 코팅층을 자동차용 wiper-blade 고무표면에 형성시키기 위하여, 매우 얇은 두께의 속건성 접착제 용액을 코팅한 다음 그 위에 WS_2 분말을 가압하여 코팅하는 방법을 사용하였다. WS_2 분말의 코팅과정은 다음과 같다. CR계 접착제 소량을 용제에 섞어 농도가 비교적 묽은 용액을 제조한 다음 경화제를

첨가하고 세척된 wiper-blade 고무에 접착제를 코팅한 후 접착제 코팅층 위에 WS_2 분말을 가압하여 코팅하였다. 코팅한 wiper-blade를 내구성 시험장비를 사용하여 7 만회의 내구성 시험을 하였다.

상용 구름베어링에 건식 스프레이 방식으로 코팅하여 코팅조건에 따른 구름베어링의 내구성을 측정하였다. 이를 위하여 코팅하지 않은 구름베어링과 구성부품을 코팅한 후 조립한 구름베어링, 조립된 상태에서 코팅한 구름베어링 등 3종류의 시험편을 준비하였다. 준비된 시험편은 Fig. 3에 도시된 자체 제작한 시험장치를 이용하여 다음과 같은 순서로 내구성을 측정하였다. 먼저 구름베어링이 장착된 치구를 회전축에 고정하고 치구 끝에 설치된 나사와 로드셀을 가는 끈으로 연결하여 회전시 걸리는 토크가 로드셀에 전달되게 하였다. 2320 rpm으로 회전을 시키며 토크를 측정하여 구름베어링의 내구성을 평가하였다. 이 때 치구의 무게는 1 kg 이었으며 지름은 90 mm 이었다. 베어링 내구성은 토크가 갑자기 증가하는 시간을 택하였다.

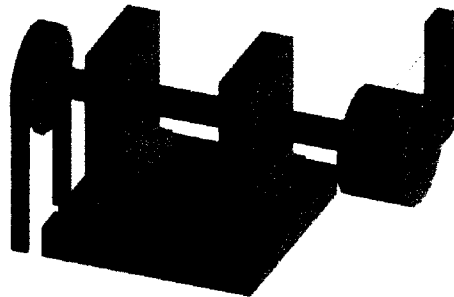


Fig. 3. Schematic of endurance test for the deep groove ball bearing

3. 결과 및 토론

3.1. 구리캔을 이용한 합성

850°C에서 2일 열처리 한 반응생성물을 $\text{CuK}\alpha$ X-ray로 분석한 결과, 2H- WS_2 결정이 형성되었음을 알 수 있었다. Fig. 4는 반응생성물의 주사전자현미경(SEM) 사진으로 판상형의 WS_2 고체윤활제 입자로 성장하고 있음을 보여주고 있다. 5일간 열처리하였을 때 구리캔이 산화되어 5일 이상의 열처리가 불가능함을 확인하였다.

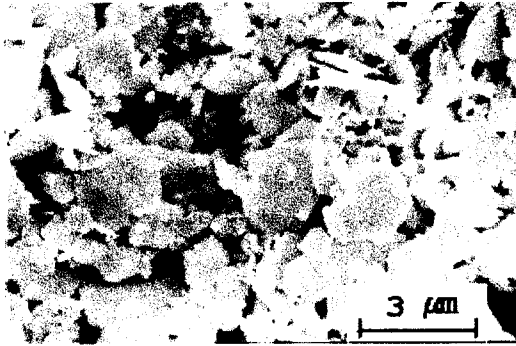


Fig. 4. SEM micrographs of the powder synthesized using copper can

3.2. WS_2 고체윤활제의 양산

850°C에서 2시간 열처리 한 반응생성물을 $\text{CuK}\alpha$ X-ray로 분석한 결과, Fig. 5와 같이 2H- WS_2 결정상의 peak 위치와 일치하였다. 반응하지 않은 텅스텐이나 텅스텐 산화물은 존재하지 않았다. Fig. 6은 반응생성물의 주사전자현미경(SEM) 사진으로 육각판상형의 WS_2 고체윤활제 분말이 형성되었음을 보여주고 있다. 입도분석기를 이용한 반응생성물의 입도 분석 결과, 평균 입자 크기는 약 15 μm 를 이며 입자는

0.5~50 μm 사이의 분포를 하고 있음을 알 수 있었다.

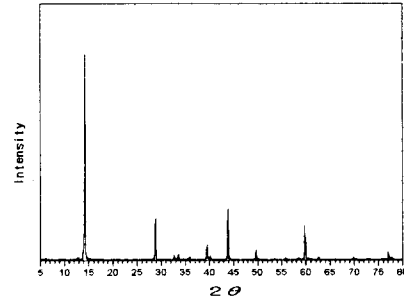


Fig. 5. XRD pattern of the WS_2 powder synthesized from the mass productive apparatus

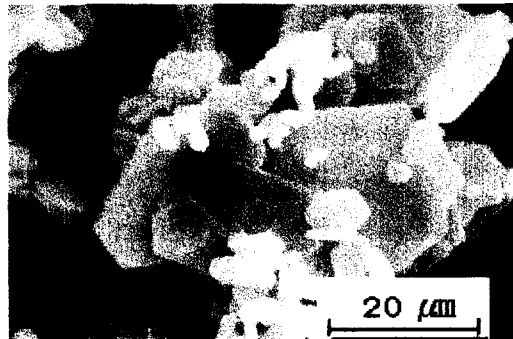


Fig. 6. SEM micrographs showing the shape of WS_2 platelet

3.3. Wiper-blade 및 구름베어링 적용

Fig. 7(a)는 코팅전의 고무와 WS_2 코팅 후의 고무 그리고 wiper-blade assembly에 장착 WS_2 코팅 고무를 보여주고 있다. 경기도 안산에 소재하고 있는 동양와퍼씨 시스템의 내구성 시험장비를 사용하여 7 만 회의 내구성 시험결과 윤활성 및 내구성이

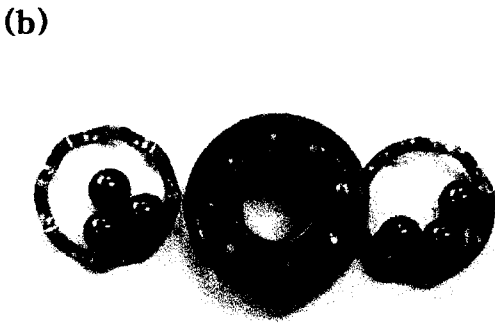
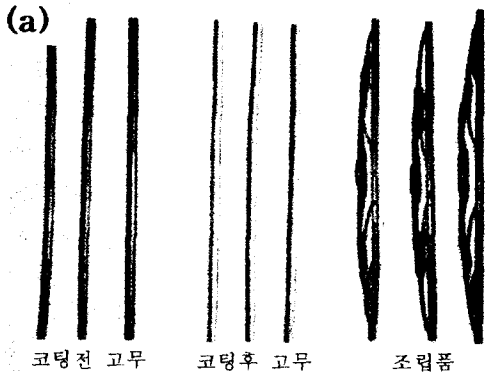


Fig. 7. Applications of WS_2 coating on (a) wiper-blade of automobile (b) ball-bearing

우수한 것으로 확인되었다. Fig. 7(b)는 건식 스프레이 방식으로 WS_2 를 코팅한 구름베어링을 보여주고 있다. 코팅 조건이 각기 다른 세 종류의 구름베어링 시험편에 대한 내구성을 측정된 결과, 코팅하지 않은 경우는 약 5분, 조립된 상태에서 코팅한 경우는 약 60분 그리고 베어링 구성부품을 코팅한 후 조립한 구름베어링의 경우 약 260분 후에 갑자기 토오크가 증가하였다. 이와 같은 결과는 조립된 상태에서 WS_2 고체윤활제를 스프레이 코팅할 경우 조립하기 전에 부품을 코팅한 것에 비하여

구름베어링 내부에 WS_2 분말이 고르게 코팅되지 않은 이유에 기인한다. 베어링 작동시 서로 접동하는 레이스, 전동체, 리테이너 표면에 균일한 코팅층이 형성되지 않았기 때문이다. WS_2 코팅에 따른 마찰계수 변화에 관한 연구에서 접동하는 두 표면 모두에 코팅을 하여야 마모수명을 증가시킬 수 있음을 보고한 바 있다[4]. 즉 구름베어링에 WS_2 고체윤활제를 적용시 각 구성부품을 코팅한 후 조립하는 것이 윤활효과를 지속시킬 수 있음을 알 수 있다. 작동시간에 따른 토오크의 변화를 통한 베어링 내구성 시험 결과를 Fig. 8에 나타내었다.

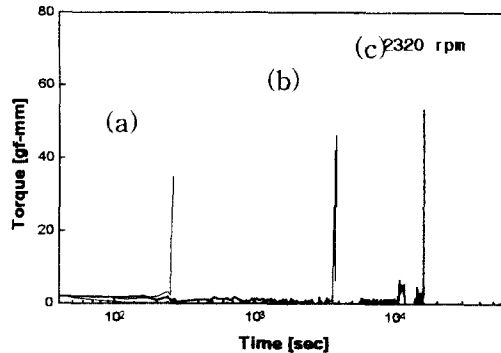


Fig. 8. The endurance test of ball-bearing, (a) non-coated, (b) WS_2 coated after assembling ball-bearing and (c) WS_2 coated before assembling ball-bearing.

4. 결론

구리캔을 이용하여 WS_2 의 염가 양산 제조를 시도하였으며 진공 반응장치를 이

용하여 WS_2 고체윤활제를 양산하였다. 합성된 분말을 자동차용 wiper-blade 및 상용 구름베어링에 적용하여 윤활효과를 측정된 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 구리캔을 이용하여 W와 S의 혼합분말을 $850^{\circ}C$ 에서 2일 열처리 한 결과, $2H-WS_2$ 결정이 형성되며 판상형의 WS_2 고체윤활제 입자로 성장하고 있음을 알 수 있었다.
2. 진공 및 고압 반응장치를 사용하여 W와 S의 혼합분말을 $850^{\circ}C$ 에서 2시간 열처리 한 결과, 평균입도 약 $15 \mu m$ 의 $2H-WS_2$ 결정상을 나타내는 육각판상형의 WS_2 고체윤활제 분말이 형성됨을 알 수 있었다.
3. 합성된 WS_2 분말을 습식방법으로 자동차용 wiper-blade에 코팅한 후 내구성 시험장비를 사용하여 7 만회의 내구성 시험결과, 윤활성 및 내구성이 우수한 것으로 확인되었다.
4. 구름베어링에 WS_2 고체윤활제를 적용하여 코팅조건을 달리하여 내구성 시험을 한 결과, 조립전 각 부품을 코팅한 후에 조립한 베어링의 경우가 코팅하지 않은 것보다 약 50배 이상의 내구성을 나타내었다.

감사의 글

본 연구는 한국과학재단 산학협력 연구비 (962-0602-013) 지원으로 수행되었으며 지원에 감사드립니다.

참고문헌

1. M. T. Lavik, G. E. Gross and G. W. Vaughn, 'Investigation of the Mechanism of Tungsten Disulfide Lubrication in Vacuum,' Lubric. Eng. [15], 246-249 (1959)
2. B. D. McConnell, 'Solid-film Lubricants for Extreme Environments,' Prod. Eng. [32], 70-73 (1961)
3. 신 동우, 'WS₂ 고체윤활제의 합성' 한국윤활학회지, 13[4], 60-65 (1997)
4. 신 동우, 'WS₂ 고체윤활제의 마찰·마모 거동,' 한국윤활학회지, 14[2], 35-41 (1998)