

SEM 관찰에 의한 세라믹의 구름마모기구

金石三* · 加藤康司** · 堀切川一男**

*慶北大學校 工科學部 機械工學科

**東北大學 工學部 機械工學科

Rolling Wear Mechanism of Ceramics by SEM Observation

Seock-Sam Kim*, Kohji Kato** and Kazuo Hokkirigawa**

*Department of Mechanical Engineering, College of Engineering, Kyungpook National University

**Department of Mechanical Engineering, Tohoku University

Abstract—Scanning electron microscopic observations were carried out on the worn surface and the wear debris of ceramic materials to investigate the wear mechanism of those in dry rolling contact.

It was found from the scanning electron microscopic observations that the wear in ceramic materials is related to brittle fracture and has two types of wear mechanisms, small scale wear and large scale wear. Plate-like wear debris were created from the initial surface cracks and defects. The small scale wear was related to real contact area and large scale wear was related to Hertzian contact area.

A wear model was proposed on the basis of scanning electron microscopic observations.

1. 서 론

앞서 보고한 논문[1]에서 구름접촉 마찰과정에서의 다섯 가지 종류의 세라믹에 대한 거시적 마모특성을 규명하였다. 본 논문에서는 동일 시험편의 마모면과 마모입자들의 미시적 관찰을 통해서 세라믹의 마모기구를 규명하고자 한다.

마모과정은 상호접촉하는 두 고체의 접촉부에서 변형과 파괴로 인해서 재료가 제거되는 과정이다. 이러한 마모과정을 미시적으로 관찰하여 그 기구를 규명하기 위해서 주로 주사형 전자현미경(이하 SEM 이라고 쓴다)이 사용되고 있다. SEM 을 사용한 마모기구의 규명을 위한 연구에는 두가지 방법이 있다. 그 한가지 방법으로는 모델의 접촉부의 마모실험을 SEM 내부에서 수행하면서 재료의 마모기동을 연속적으로 관찰하는 것이고, 다른 한가지 방법으로는 마모실험 전후의 마모면과 마모입자를 SEM 을 사용하여 관찰해서 그 마모기구를 추정하는 것이다. Kato 등[2-7]은 SEM 내부에서 단일모델접촉부의 마모실험방법을 개발해서 연

속적인 미시적 관찰을 수행하여 응착마모기구(adhesive wear mechanism)와 어브레시브 마모기구(abrasive wear mechanism)를 규명한 바 있다. Suh[8]는 금속의 마모면과 마모입자를 SEM 을 사용하여 관찰한 결과 재료의 마모현상을 금속의 파괴기구로 설명하고자 한 마모의 디라미네이션이론(delamination theory)을 제창하였다. Vingsbo[9]도 마모실험 후의 마모면에 대해서 SEM 을 이용한 미시적 관찰을 통해서 여러가지 마모형태를 분류하려고 하였다.

세라믹에 관하여도 Mehrotra[10]는 알루미늄의 미끄럼마모실험을 수행하고 알루미늄의 마모면의 SEM 관찰을 실시한 결과 알루미늄의 미끄럼마모는 취성파괴와 소성변형에 의해서 발생한다고 보고하였다. Adewoye[11]도 질화규소와 탄화규소에 대한 미끄럼마모를 수행하고 SEM 을 통한 마모면의 관찰결과 질화규소는 소성변형, 탄화규소는 입재파괴와 소성변형에 기인한다고 보고하였다.

이와같은 SEM 을 이용한 마모면과 마모입자의 미시적 관찰은 마모과정을 이해할 수 있는 좋은 방법인 것이다. 그러나 세라믹의 구름접촉부의 마모기구에 대해

서는 보고된 바 없고 밝혀지지 않았다. 본 연구에서는 저자들[12]이 이미 보고한 세라믹재료의 구름접촉시 마모를 평가할 수 있는 새로운 무차원 파라미터 S_c 에 대해서 이론적 해석을 하기 위한 마모기구를 제안하고자 한다. 이를 위해서 본 논문에서는 다섯종류의 세라믹의 마모면과 마모입자에 대해서 SEM을 사용하여 미시적 관찰을 수행하여 세라믹의 구름접촉시의 마모기구를 규명하고자 한다.

2. 실험장치 및 실험방법

본 실험에 사용된 실험장치는 전보[1]와 동일하고 시험편도 동일하다. 즉 질화규소(Si_3N_4), 탄화규소(SiC), 서어멧, 티타니아(TiO_2) 및 알루미늄(Al_2O_3)를 시험편으로 하여 무윤활하에서 구름마찰 마모실험을 수행하고 실험장치에는 시험편의 마모입자를 받을 수 있는 플라스틱 용기를 제작하여 부착시켰다. 실험이 끝난 시험편의 마모면과 동시에 마모입자를 SEM으로서 관찰하였다. 선접촉의 경우는 하중 980N과 1960N의 하부실험편의 다섯종류의 세라믹에 대해서 관찰을 하였다. 점접촉의 경우는 하중 980N의 질화규소, 알루미늄, 서어멧에 대해서 관찰하였다. SEM 관찰을 위하여 모든 시험편과 마모입자는 Ion Coater로서 표면에 금으로 증착시켰다.

또한 세라믹의 표면현상의 변화를 알아보기 위해서 일정기간 실험한 후에는 마모면의 단면곡선을 profilometer로서 구하였다.

3. 실험결과

3-1. 마모면의 형상변화

Fig.1은 하중 1960N의 경우의 질화규소와 티타니아의 마모면의 구름마찰방향에 수직인 방향의 마모면의 단면곡선의 형상을 보여주고 있다. Fig.1(a-1)은 질화규소의 회전수가 1×10^5 회전 지난 뒤의 마모면의 단면형상이고, Fig.1(a-2)는 동일 질화규소 시험편의 회전수가 4×10^5 회전시킨 뒤의 마모면의 단면형상이다.

Fig.1에서 알 수 있는 바와 같이 정상 마모과정에서는 일정한 표면의 형상을 유지하면서 작은 마모입자를 형성시키면서 마모를 진행시키는 것으로 판단된다. Fig.1(b-1)은 티타니아의 회전수가 3×10^3 회전시킨 뒤의 단면현상이고, Fig.1(b-2)는 동일 티타니아 시험편이 회전수 5×10^3 만큼 진행된 경우의 단면형상이다.

Fig.1(a-1)과 (a-2)의 질화규소와 비교하면 티타니아의 단면변화의 정도가 매우 심한 것을 알 수 있다. 즉 티타니아의 편이 마모량이 많은 것은 표면의 심한 형상변화와 관계가 있는 것이다. 이러한 심한 형상변화는 파괴인성치가 적은 티타니아가 쉽게 접촉부가 파괴되기 때문으로 생각된다. 또한 단면형상에서 질화규소나 티타니아의 마모면은 소성변형보다는 취성파괴로 인한 마모입자가 탈락된 면이 주된 부분인 것도 알 수 있다.

3-2. 마모면의 SEM 관찰과 형태분석

Fig.2는 본 실험에 사용된 세라믹 시험편의 연마 가공한 표면의 SEM 사진이다. 모든 시험편은 상압소결로서 성형시킨 후 기계가공하고 연마하였다. Fig.2에서 알 수 있는 바와 같이 시험편의 표면에는 많은 기공과 기계가공으로 인한 표면결합들이 보인다. TiC와 TiN이 주성분인 금속과 세라믹과의 복합재료인 서어멧은 기공이 제일 적으나 알루미늄과 티타니아의 경우는 기공이 수 μm 에서 수십 μm 정도의 큰 기공들이 보인다. 이와같은 기공이나 표면결합은 마모과정에 있어서 표면균열(surface crack)의 생성원이 될 것으로 생각된다.

Fig.3에는 본 실험에 사용된 다섯종류의 마모면의 전형적인 SEM 사진이다. Fig.3(a)는 선접촉의 경우 하중이 980N이고, 회전수가 1×10^6 지난 뒤의 질화규소의 마모면이다. Fig.3(a-2)는 (a-1)의 한 부분을 확대한 것으로서 질화규소의 표면결합으로부터 균열이 전파해서 크기 $5 \mu m$ 의 마모입자가 탈락되려는 순간을 나타내고 있다. 이 사진으로부터 질화규소의 마모면은 소성변형보다는 거의 대부분이 취성파괴에 의해서 마모가 진행되고 있다는 것을 알 수 있다. Fig.3(b)는 선접촉의 경우 하중 1960N, 회전수 2×10^3 회전한 뒤의 탄화규소의 마모면 사진이다. 이 사진에서는 마모입자가 탈락한 뒤의 사진으로서 떨어진 부분의 두께를 보아 약 $25 \mu m$ 정도의 마모입자가 떨어져 나간 것을 알 수 있다. 또한 사진에는 표면균열과 표면아래의 균열이 수평 방향으로 진행하고 있는 것이 보인다. 이것은 마모입자가 떨어져 나간 곳에서 표면균열이 성장하여 다음 마찰 과정에서 마모입자가 형성되는 과정을 보여주고 있다. Fig.3(c)는 선접촉의 경우 하중 980N, 회전수 1×10^6 회전마찰시킨 후의 티타니아의 마모면의 사진이다. 티타니아의 경우도 기공이나 마모입자가 탈락된 것으로 여겨지는 곳에서부터 표면균열이 성장하고 있음을 알 수 있다. Fig.3(d)는 알루미늄의 마모면을 보여주고 있다. 이 사진도 선접촉하에서 하중 980N, 회전수 $2 \times$

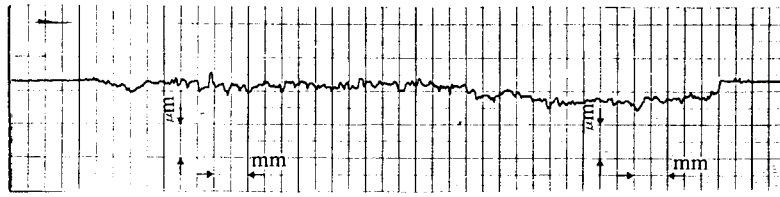
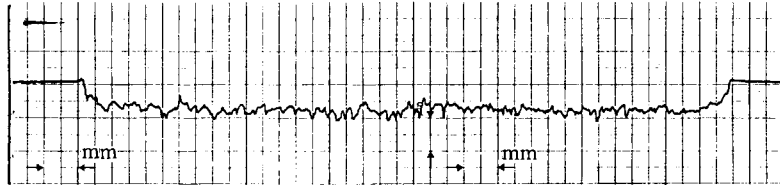
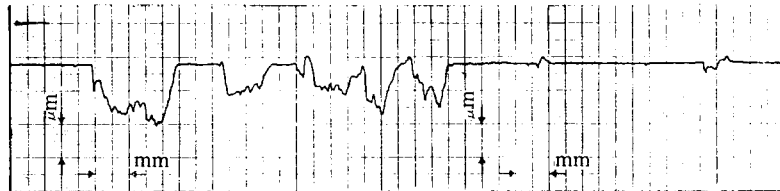
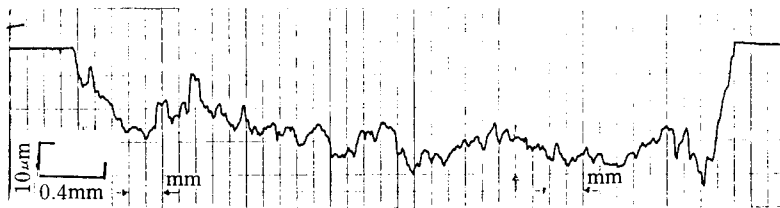
(a-1) Si_3N_4 , $L = 1960\text{N}$, $N = 1 \times 10^5$ (a-2) Si_3N_4 , $L = 1960\text{N}$, $N = 4 \times 10^5$ (b-1) TiO_2 , $L = 1960\text{N}$, $N = 3 \times 10^3$ (b-2) TiO_2 , $L = 1960\text{N}$, $N = 5 \times 10^3$

Fig. 1. Surface profiles of silicon nitride (Si_3N_4) and titania (TiO_2) in line contact wear process

10^4 회전시킨 후의 마모면 사진이다. 가장 심한 마모현상을 보인 알루미늄에서도 마모면에는 표면균열이 성장하는 것이 보인다. Fig.3(e)는 선접촉하에서의 하중 1960N, 회전수 5×10^5 지난 뒤의 서어멧의 마모면이다. 서어멧의 마모면에서도 표면균열의 성장으로 마모입자가 형성된다고 생각되는 표면균열의 성장이 보인다. 또한 기공이나 표면결함으로부터 응력집중으로 인한 균열의 전파·성장이 나타나고 있다.

3-3. 마모입자의 SEM 관찰과 형태분석

Fig.4는 다섯종류의 세라믹재료의 구름접촉하에서 형성된 마모입자의 사진을 나타낸 것이다. Fig.4(a)는 선접촉의 상태로 하중 980N, 회전수 1×10^6 지난 후

의 질화규소의 전형적인 마모입자이다. 이 사진에는 두께가 약 $1 \mu\text{m}$, 길이 $19 \mu\text{m}$ 의 판상의 마모입자를 보여주고 있다. 질화규소의 SEM에 의한 마모입자의 관찰에는 길이가 수 μm 에서 수십 μm , 두께가 약 $1 \mu\text{m}$ 정도의 판상의 마모입자가 대부분이었다. Fig.4(b)는 하중 1960N, 회전수 2×10^3 회전 지난 뒤의 탄화규소의 마모입자의 사진이다. 이 사진으로부터 탄화규소의 마모입자의 두께가 약 $12 \mu\text{m}$, 길이가 약 $940 \mu\text{m}$ 의 판상의 마모입자로서 상당히 큰 마모입자인 것을 알 수 있다. 경도가 다섯종류의 세라믹중에서 제일 크고 파괴인성치가 적은 탄화규소의 경우는 판상의 마모입자가 파괴되어 분말상의 마모입자도 관찰되었다. Fig.4(c)는 티타니아의 마모입자의 사진이다. 이 사진에서는 길이

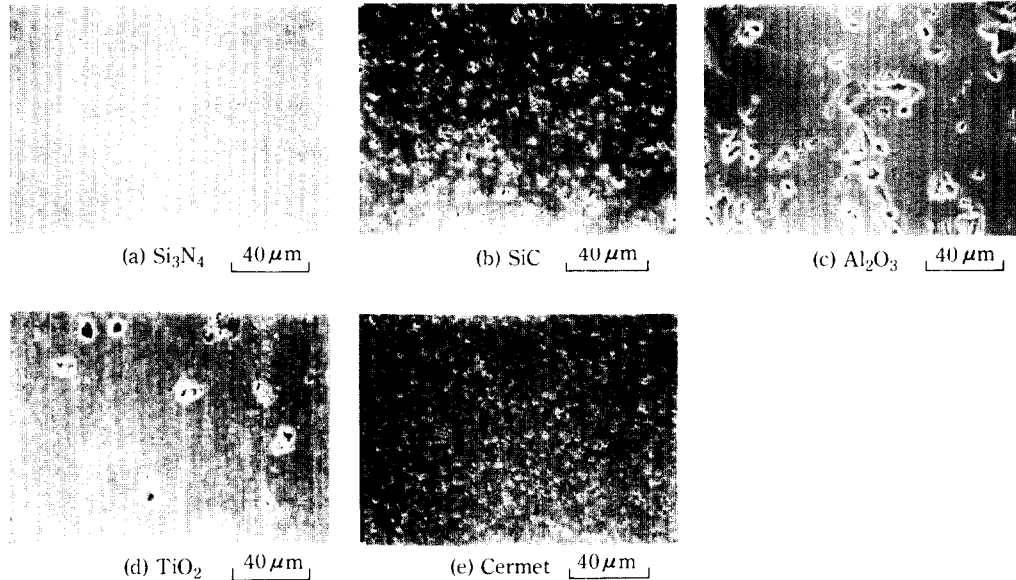


Fig. 2. As-received surfaces in ceramic specimens

가 약 $480\mu\text{m}$ 의 큰 마모입자를 보이고 있다. Fig.4(d)에는 길이 약 $600\mu\text{m}$ 의 큰 마모입자인 알루미늄의 사진을 보여주고 있다. Fig.4(e)와 (f)는 서어멧의 마모입자 사진이다. (e)는 선접촉의 경우 하중 1960N , 1×10^5 뒤의 마모입자의 사진이고, (f)는 점접촉의 경우 하중 392N , 회전수 5×10^4 지난 후의 서어멧의 마모입자의 사진이다. 서어멧의 마모입자는 $10\mu\text{m} \sim 50\mu\text{m}$ 크기로서 두께는 약 $1\mu\text{m}$ 정도인 것을 알 수 있고, 대부분이 판상의 마모입자인 것을 알 수 있다.

3-4. 세라믹마모의 미시적 진행과정

Fig.5는 점접촉의 경우 하중 980N 의 질화규소의 마모면의 SEM 관찰에 의해서 얻어진 굴림접촉시의 마모과정이다.

Fig.5(a)에 나타낸 바와 같이 표면균열이 굴림접촉으로 접촉 하중점의 이동으로 인해서 그 접촉조건에서 표면균열이 전과조건을 만족하는 경우에 (c)와 같이 전과하여 판상의 마모입자의 단위로써 재료표면에서 탈락하는 과정으로 나타내고 있다. (d)는 표면으로부터 마모입자가 탈락한 후의 마모면을 보여주고 있다. 이 사진으로부터 알 수 있듯이 세라믹의 표면균열의 전과는 입계를 따라서 전과하여 불안정파괴에 의한 취성파괴로서 마모입자가 형성된다고 생각된다. 이와같은 과정으로서 표면에서 마모입자가 탈락하면 마모입자가 탈락된 부분의 낮은 부분에서 응력집중으로 인한 표면균열의 발생

과 성장으로 가속도적으로 세라믹의 마모가 진행되는 것으로 생각된다.

4. 고 찰

4-1. 세라믹의 구름접촉시의 마모형태의 특징

SEM을 이용하여 다섯종류의 세라믹의 구름접촉에서의 마찰실험을 수행하여 그 마모면과 마모입자의 미시적 관찰로부터 다음과 같은 것이 밝혀졌다. 즉 비교적 낮은 하중의 경우에는 마모입자의 크기가 수 μm 에서 수십 μm 로서 두께가 수 μm 의 소규모 마모입자만이 발생한다. 여기에 대해서 비교적 높은 하중의 경우에는 소규모 마모입자에 더하여 마모입자의 크기가 수백 μm 로서 두께가 약 $25\mu\text{m}$ 의 대규모 마모입자가 많이 형성된다. 따라서 여기서는 전자의 경우를 소규모 마모 (small scale wear), 후자의 경우를 대규모 마모 (large scale wear)라고 정의하고, 각각 S와 L로 표시하면, SEM 관찰결과를 정리하면 Table 1과 같이 된다. Table 1에는 앞서 보고한[1] 다섯종류의 세라믹의 마모율과 표면거칠기의 평균치도 함께 나타냈다. Table 1에서 나타내는 바와 같이 마모율의 대소와 표면거칠기는 마모형태와 잘 대응하고 있는 것을 알 수 있다. 마모입자의 형태로서 분류된 마모형태는 바로 마모량의 크기로 대응되기 때문이다. 마모입자의 형태에

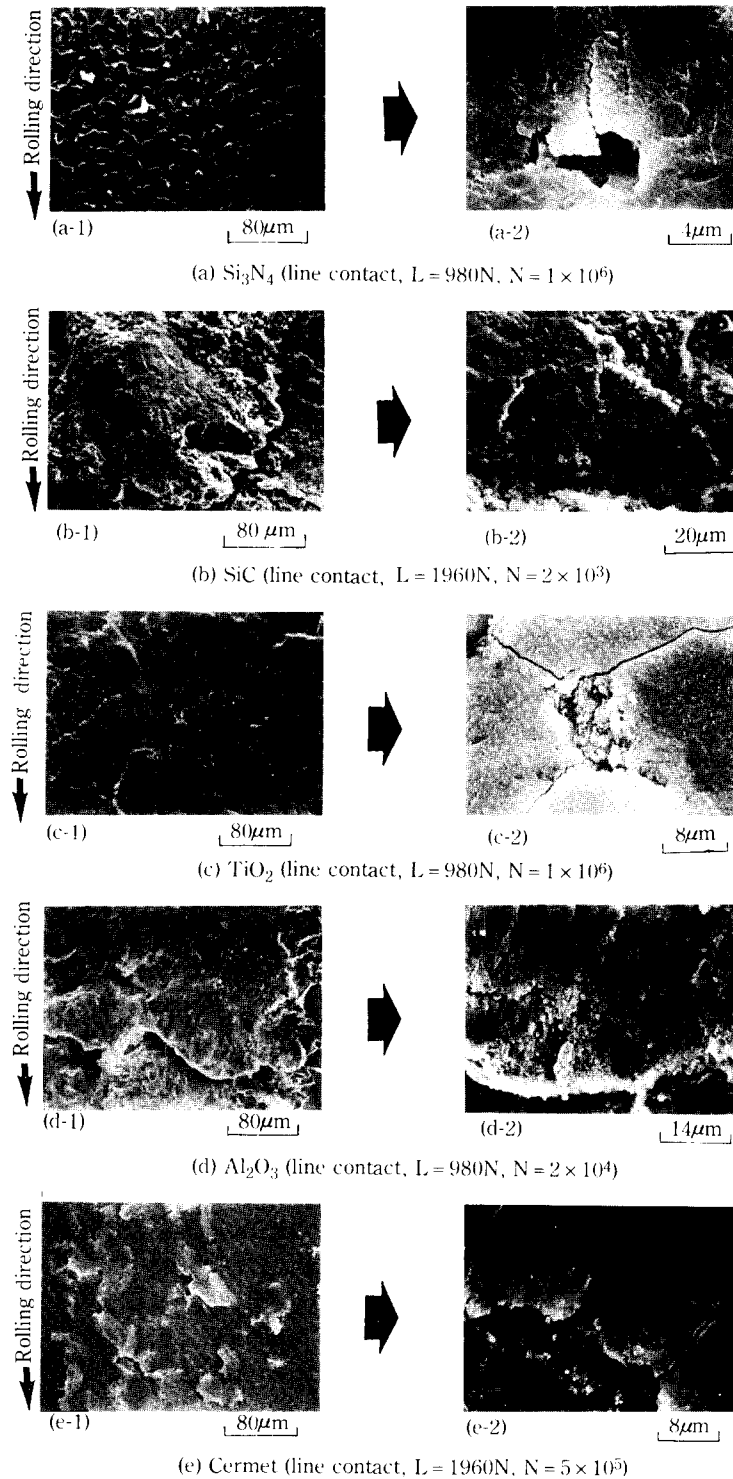


Fig. 3. Typical scanning electron micrographs of the worn surfaces

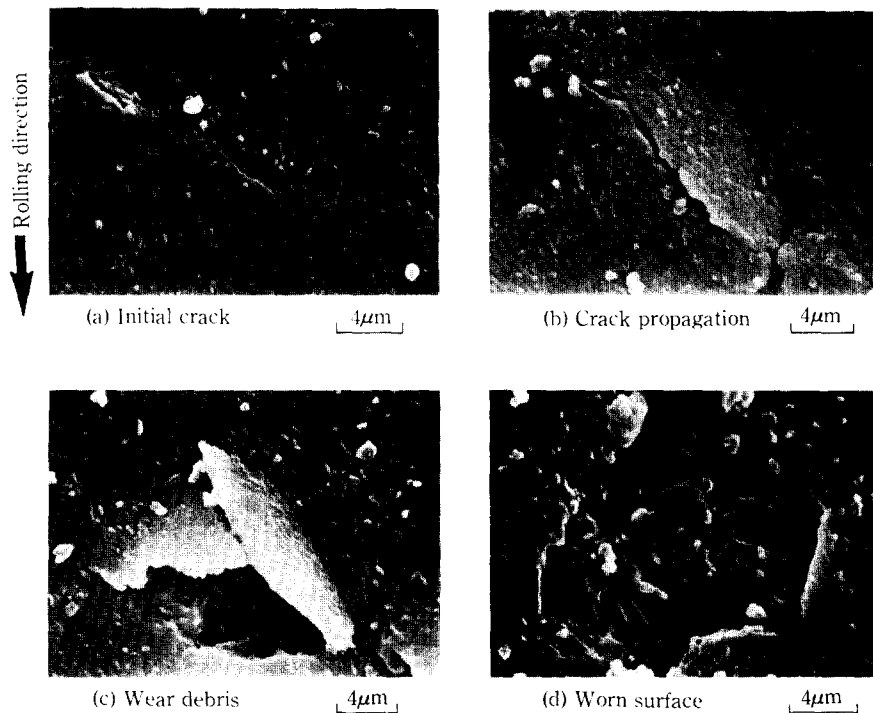
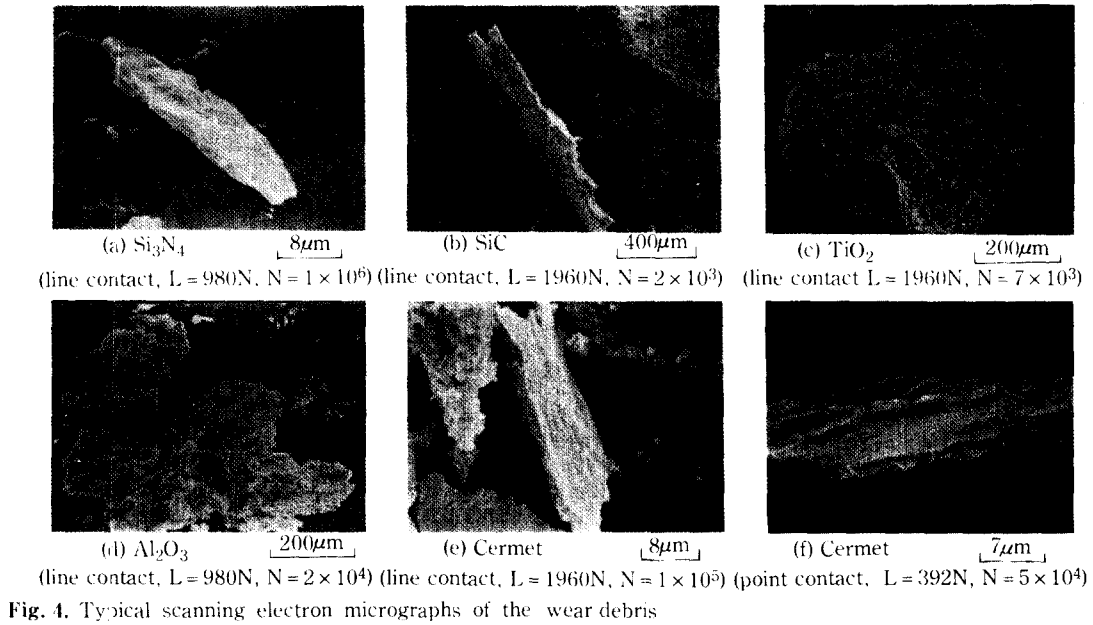


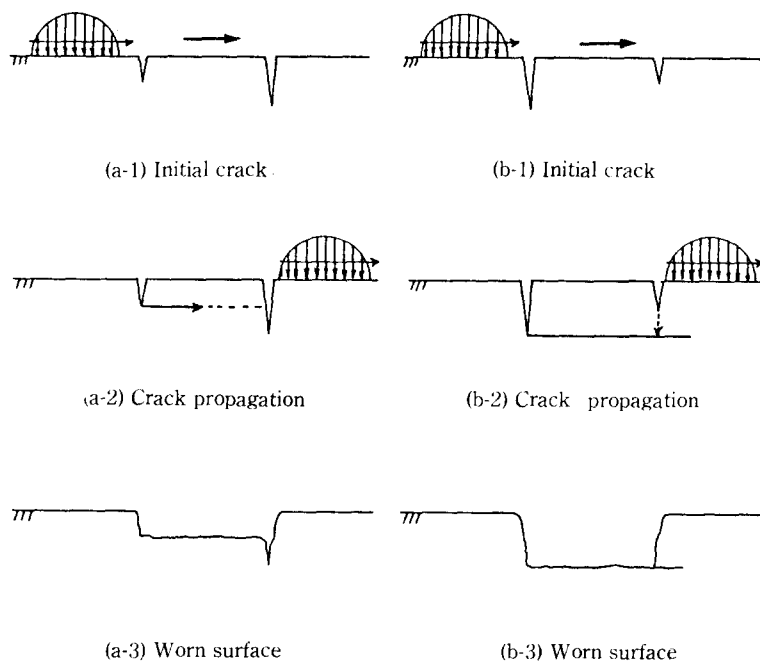
Fig. 5. Wear process of silicon nitride in point contact under the load of 980N.

Table 1. Rolling wear types of ceramics by SEM observation

Material	Contact condition	Load L, N	Specific wear rate W_s , mm ³ /m·N	Roughness R_{max} , μ m	Wear type
Si ₃ N ₄	Line	980	2.5×10^{-8}	2.5	S
		1960	5.8×10^{-8}	4.2	S
	Point	392	4.0×10^{-8}	4.5	S
		980	4.7×10^{-8}	5.3	S
Cermet	Line	980	3.6×10^{-8}	2.1	S
		1960	7.9×10^{-8}	3.5	S
	Point	392	3.1×10^{-7}	3.3	S
		980	5.9×10^{-7}	5.8	S
SiC	Line	980	4.9×10^{-8}	2.0	S
		1960	2.1×10^{-5}	22.8	L
	Point	392	2.9×10^{-6}	8.5	L
		980	4.0×10^{-6}	9.9	L
TiO ₂	Line	980	4.6×10^{-8}	4.7	S
		1960	3.1×10^{-5}	18.4	L
	Point	392	4.1×10^{-6}	7.2	L
		980	1.3×10^{-5}	18.6	L
Al ₂ O ₃	Line	980	2.2×10^{-5}	25.0	L
	Point	392	7.6×10^{-6}	19.1	L
		980	8.9×10^{-5}	34.0	L

*S: small scale wear, plate-like wear debris

L: large scale wear, plate-like wear debris

**Fig. 6.** Wear model of ceramics in the rolling friction

서 대규모 마모입자와 소규모 마모입자는 선접촉의 경우와 점접촉의 상태에서 Hertz의 탄성접촉에 의한 접촉면적의 크기를 고려하면 대규모 마모입자의 크기는 Hertz의 접촉면적의 크기와 깊은 관계가 있다. 한편, Hertz 접촉면적 내부에서도 접촉부분의 표면형상 정도에 따라서 진실접촉부가 있어서 부분적으로 접촉하고 있다. 이와같이 진실접촉면적의 단위로서 마모입자가 형성되는 것이 소규모 마모입자의 생성으로 생각된다. Table 1에서 이 관계를 잘 알 수가 있으며 마모입자의 두께와 크기의 10배의 차이는 마모량으로서는 10³배의 차가 난다. Table 1에서는 소규모 마모에서는 비마모율 W_s 가 10⁻⁸~10⁻⁷ mm³/m·N, 대규모 마모에서는 비마모율 W_s 가 10⁻⁵ mm³/m·N 이상을 보여주고 있다.

4-2. 미시적 관찰에 의한 세라믹 마모모델

Fig.5에 보인 질화규소의 마모진행과정을 나타낸 것과 같이, 마모면과 마모입자의 SEM 관찰의 결과와 일치하도록 세라믹의 표면균열을 기점으로 하여 판상의 마모입자를 생성시키기 위한 세라믹의 구름접촉하의 마모모델을 Fig.6과 같이 제안한다. 기계가공된 세라믹의 표면에는 기공이나 표면균열과 같은 표면결함들이 여러가지 형태로 여러가지 크기로 표면에 존재할 것이다. Fig.6(a-1)은 접촉점이 왼편에서 오른편으로 이동할 경우 왼편의 표면균열이 오른편의 균열보다 적은 경우이고, (b-1)은 왼편의 표면균열이 오른편의 표면균열보다 큰 경우의 예를 든 것이다. 이와같은 표면균열이 있는 표면위를 접촉하중점이 이동할 경우 그 표면균열의 전파조건이 만족될 경우는 (a-2)와 (b-2)와 같이 표면균열이 전파하여 하나의 마모입자를 생성시킬 것으로 생각된다. (a-3)과 (b-3)은 마모입자가 탈락한 후의 마모면의 형상을 나타내며, 이것은 마모면의 표면거칠기로서 나타날 것이다. 이 마모모델에 대한 파괴역학적 해석은 다음에 보고하고자 한다.

5. 결 론

무운활하에서 다섯종류의 세라믹에 대해서 점접촉과 선접촉의 조건하에서 구름접촉상태로 마찰·마모실험을 수행한 뒤, 그 마모면과 마모입자에 대해서 SEM을 이용하여 미시적 관찰과 고찰을 하였다. 다섯종류의 세라믹에 대한 공통된 결론은 다음과 같다.

1. 세라믹의 마모형태는 크기가 수 μm 에서 수십

μm 로서 두께가 0.5~4 μm 의 판상마모입자만이 발생하는 소규모 마모와 크기가 100~800 μm 로서 두께가 10~35 μm 의 판상마모입자가 많이 포함되는 대규모 마모로 분류된다.

2. 세라믹의 구름접촉시의 마모는 표면결함이나 기공으로부터 균열이 발생 성장하여 취성파괴에 의해서 판상 마모입자가 형성되면서 진행된다.

REFERENCES

1. 金石三, 加藤康司, 堀切川一男, "구름접촉시 세라믹의 거시적 마모특성", 潤滑學會誌, Vol. 5, No. 1, 1989.
2. Kayaba, T. and Kato, K., "The Analysis of Adhesive Wear Mechanism by Successive Observations of the Wear Process in SEM", Wear of Materials, ASME, pp. 45-56, 1979.
3. Kayaba, T. and Kato, K., "The Adhesive Transfer of the Slip-Tongue and the Wedge", ASLE Trans., Vol. 24, pp. 164-174, 1981.
4. Kayaba, T., Kato, K. and Nagasawa, Y., "Abrasive Wear in Stick-Slip Motion", Wear of Materials, ASME, pp. 439-446, 1981.
5. Kayaba, T., Hokkirigawa, K. and Kato, K., "Experimental Analysis of the Yield Criterion for a Hard Asperity Sliding on a Soft Flat Surface", Wear, Vol. 96, pp. 255-265, 1984.
6. Kato, K., Hokkirigawa, K., Kayaba, T. and Endo, Y., "Three Dimensional Shape Effect on Abrasive Wear", Trans. ASME, J. Tribology, Vol. 108, pp. 346-351, 1986.
7. Kayaba, T., Hokkirigawa, K. and Kato, K., "Analysis of the Abrasive Wear Mechanism by Successive Observations of Wear Processes in a Scanning Electron Microscope", Wear, Vol. 110, pp. 419-430, 1986.
8. Suh, N.P., "The Delamination Theory of Wear", Wear, Vol. 25, pp. 111-124, 1973.
9. Vingsbo, O., "Wear and Wear Mechanisms", Wear of Materials, ASME, pp. 620-635, 1979.
10. Mehrotra, P. K., "Mechanisms of Wear in Ceramic Materials", Wear of Materials, ASM, pp. 194-201, 1983.
11. Adewoye, O.O., "Frictional Deformation and Fracture in Polycrystalline SiC and Si₃N₄", Wear, Vol. 70, pp. 37-51, 1981.
12. Kim, S. S., Kato, K., Hokkirigawa, K. and Abe, H., "Wear Mechanism of Ceramic Materials in Dry Rolling Friction", Trans. ASME, Journal of Tribology, Vol. 108, pp. 522-526 1986.