

WS₂ 고체윤활제의 마찰·마모 거동

신동우·김인섭*·윤대현·김경도·김성진**·정진수***

경상대학교 재료공학부 무기복합재료연구실, 첨단소재연구소
*국립요업기술원 제품과
**이화여자대학교 화학과
***중소기업진흥공단 중소기업연수원

Tribological Behaviour of WS₂ Solid Lubricant

Dong-Woo Shin, In-Sub Kim*, Dae-Hyun Yoon, Kyeong-Do Kim,
Sung-Jin Kim** and Jin-Soo Jung***

Kyongsang National University, Division of Materials Science and Engineering,
Ceramic Matrix Composites Lab., AMRI
*National Institute of Ceramic Technology
**Ewha Womans University, Dept. of Chemistry
***Small and Medium Industry Promotion Corporation,
Small Business Training Institute

Abstract—The WS₂ solid lubricant synthesized through the vapour phase transport method was coated on the commercial bearing steel (SUI 2) substrate, and the tribological behaviour of the lubricant was investigated using a ball-on-disk type tester. The WS₂ powder was spray-coated at room temperature using compressed air, and the change of friction coefficient was examined in various conditions, i.e., specimen configuration, atmosphere (air and nitrogen), applied load and rotating speed. WS₂ coated ball and disk showed the optimum friction coefficient of 0.07 and wear life of 45,000 cycles in the nitrogen atmosphere under 0.3 kgf and 100 rpm, whereas relatively high coefficient of 0.13 and reduced wear life of 4,000 cycles were observed in air atmosphere. The effect of rotating speed on the friction coefficient was not observed both in nitrogen and in air atmospheres. This confirmed that the spray-coated WS₂ solid lubricant was effective in reducing the friction coefficient and improving wear life in nitrogen atmosphere, and the oxygen and moisture existing in air could seriously deteriorate the lubrication effect of WS₂ coating layer.

Keywords—friction coefficient, wear life, nitrogen atmosphere, WS₂ lubricant.

1. 서 론

고체윤활제는 마찰하는 경계표면 위에 얇은 층을 형성하여 용이하게 전단되는 특성을 향상시키며 표면 부층간에 직접적인 접촉을 방지하는 역할을 할 뿐 아니라 액체윤활제를 사용할 수 없는 환경, 즉 진공 또는 사용온도가 극저온이거나 고온인 조건하에서 윤활 효과를 나타내는 장점을 가지고 있다[1,2].

고체윤활제로 쓰일 수 있는 재료에는 층상구조나

lamella 구조를 가지는 graphite, MoS₂, WS₂ 등이 있다. graphite는 약간의 수분 또는 압축성 기체가 존재하는 대기압 하에서는 매우 낮은 마찰계수(약 0.06~0.1)를 나타내지만 진공이나 고온에서는 윤활 특성이 현저히 떨어진다. 이는 진공에서 완전 결합을 이루지 못한 층내의 가장자리에 있는 탄소가 다른 층의 가장자리에 있는 탄소와 강하게 결합하거나 기저층과 결합하지만, 수분 또는 압축성 기체가 존재하면 이 분자들이 선택적으로 높은 에너지를 가지고 있는 가장자리 탄

소와 결합하여 결합을 포화시키기 때문이다[3]. 이와는 달리 MoS₂는 진공에서 마찰계수가 낮은 장점은 있으나 내산화성이 낮아서 고온에서의 사용이 제한되며, 습도 등의 작동환경에 따라 마찰계수가 민감하게 변한다. WS₂는 graphite나 MoS₂에 비해 내산화성이 크고, -273~650°C까지 낮은 마찰계수를 나타내며 진공상태에서는 1000°C까지 사용할 수 있는 것으로 알려져 있다[4].

이러한 고체윤활제들은 자기 윤활 특성을 나타내도록 하기 위하여 금속이나 고분자 매트릭스에 첨가하여 복합체를 만들거나, 모재위에 얇은 막을 결합시키거나 코팅하는 방법으로 사용되어 왔다[5]. 일부의 보고서에는 금속 모재위에 고순도의 일정한 두께의 얇은 막을 형성하기 위하여 펄스 레이저 증착 (PLD)을 사용하였으며, PLD WS₂ 경우 가압하중 100 g, 공기중 상대습도 55~60% 조건에서 마찰계수가 0.1~0.15이며 마모수명은 4300 cycle 이하, 질소분위기에서는 마찰계수가 0.03~0.04이며 마모수명은 70,000 cycle 이상으로 보고되었다[5,6].

본 연구 목적은 자체 합성한 WS₂ 고체윤활제 분말을 염가의 코팅 방법으로 각종 접동부에 코팅하여 그 마찰·마모 특성을 평가하여 현장에 적용하는데 있다. 합성 WS₂ 분말을 상온에서 건식 스프레이 방식으로 금속 모재위에 코팅하여 ball-on-disk 형태의 마찰·마모 시험기를 통하여, 시험구성, 분위기, 가압하중, 회전속도에 따른 합성 WS₂ 고체윤활제의 마찰·마모 특성을 조사하였다.

2. 실험방법

2.1 모재시편의 준비

본 연구의 실험과정을 Fig. 1에 도시하였다. 먼저 WS₂를 코팅할 모재로 일반 베어링강인 고탄소크롬강 (SUJ 2)을 사용하였다. 모재의 화학조성과 물리적, 기계적 특성을 Table 1에 나타내었다. 마찰시편의 모재로

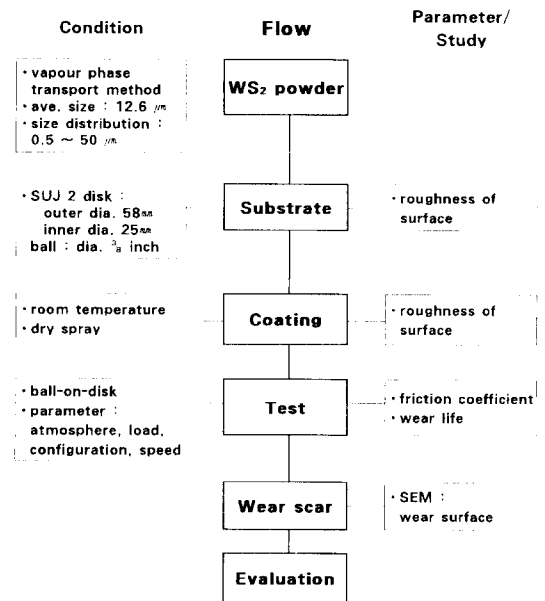


Fig. 1. Flow chart showing the experimental procedure.

사용된 볼의 치수는 3/8 inch이며 디스크는 외경 58 mm, 내경 25 mm, 두께 5 mm 이었다. 볼은 일반 베어링에 사용되는 경면의 상용볼을 사용하였으며, 디스크 시편은 디스크 형태로 자른 후 300번 연마지석으로 연마하였다. 이렇게 거친 연마지로 연마한 이유는 연마흔들이 WS₂ 코팅층을 모재에 고정시켜 코팅층의 마모수명을 향상시키도록 하기 위함이다. 실제로 모재시편의 용기부분이나 함몰 부분이 WS₂ 필름을 모재위에 잘 고정시켜 공기중에서 마찰계수를 낮출 뿐 아니라, 마모수명을 2배이상으로 증가시킨다는 보고가 있다[5]. 연마된 시편을 먼지나 이물질 제거하기 위하여 알코올로 초음파 세척한 후 건조기에 건조하였다.

2-2. WS₂ 코팅

완전히 건조된 모재시편을 상온에서 건식 스프레이 방식의 코팅장비를 이용하여 WS₂ 분말로 코팅하였다. 사용된 WS₂ 분말은 본 연구실에서 합성한 것으로

Table 1. Chemical and physical properties of SUJ 2 used for substrate

Chemical property	Chemical Composition (%)						
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
	0.95~1.10	0.15~0.35	0.50 max	0.025 max	0.25 max	1.30-1.60	0.08 max
Physical property	Density (g/cm ³)		Tensile strength (MPa)			Hardness (HB)	
	7.86		647			180	

서 물리적, 화학적 특성은 Table 2와 같다. 실험에 사용된 코팅장비의 모식도를 Fig. 2(a)에 나타내었다. 챔버에서 WS₂ 분말을 입자로 스프레이시켜 스프레이건으로 보낸 후, 압축공기를 이용하여 고속으로 분사시킨다. 고속으로 분사된 WS₂ 입자들이 시편의 표면에 균일하게 코팅되고 나머지는 챔버로 다시 회수되어지는 과정으로 구성되어 있다. WS₂ 코팅전후의 디스크 시편의 표면과 표면거칠기를 광학현미경 및 표면조도기를 사용하여 관찰하였다.

2-3. 마찰·마모 시험

시편의 구성은 코팅하지 않은 볼과 디스크(이하 N+N), 코팅하지 않은 볼과 코팅한 디스크(이하 N+C), 코팅한 볼과 디스크(이하 C+C)로 하였다. 사용된 마찰·마모시험기는 ball-on-disk형의 시험기로서 최고 회전수는 500 rpm까지 변화시킬 수 있으며 하중은 분동을

사용하여 조절할 수 있다. 또한 질소분위기 및 공기중 분위기에서 측정이 가능한 장치이다. 사용된 ball-on-disk형 시험기의 모식도를 Fig. 2(b)에 도시하였다. 턴테이블의 중심에 디스크 시편을 고정시킨 후, 볼 시편을 올리고 push-pull scale을 0으로 맞추고 가압하중과 회전속도를 조절한 다음 시험을 행하였다. 질소분위기에서 시험을 하는 경우 진공 펌프로 공기를 제거시킨 후, 질소 가스로 3회 purging하고 질소 가스를 흘려주며 시험을 진행하였다. 공기중 분위기에서 시험을 하는 경우 습도의 조절없이 실험실 분위기로 하였으며 습도는 약 50~60% 이었다. 시험 도중 마찰력의 증가로 심한 진동이나 소음이 발생할 경우 시험을 중단하였다. 시편구성, 분위기, 하중, 회전속도를 변수로하여 마찰·마모 시험을 행한 후, 디스크 시편의 마모트래(wear track) 부분의 마모흔을 SEM으로 관찰하였다.

Table 2. The characteristics of synthesized WS₂ powder

Distribution of particle size (Average size)	Shape of particle	Crystalline phase
0.5~50 μm (12.6 μm)	platy (well-defined)	2H-WS ₂

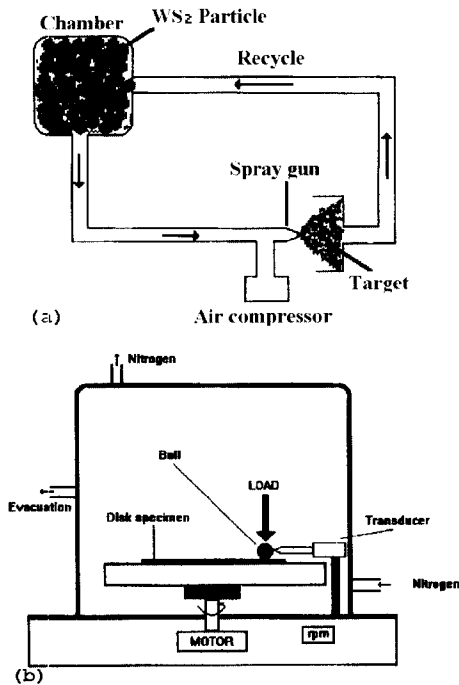


Fig. 2. Schematics of (a) the coating apparatus and (b) the ball-on-disk type friction tester.

3. 결과 및 고찰

3-1. 모재시편의 WS₂ 코팅 전후의 표면

디스크 시편의 WS₂ 코팅 전후의 표면거칠기를 측정된 결과를 Fig. 3에 나타내었다. 300번 연마지석으로 연마한 후의 디스크 시편의 평균 표면조도는 0.2 μm이고 최대 표면조도는 4.0 μm이었다. 그러나 WS₂로 코팅처리한 후 디스크 시편의 평균 표면조도는 0.1 μm이었으며 최대 표면조도는 1.6 μm이었다. Fig. 4에

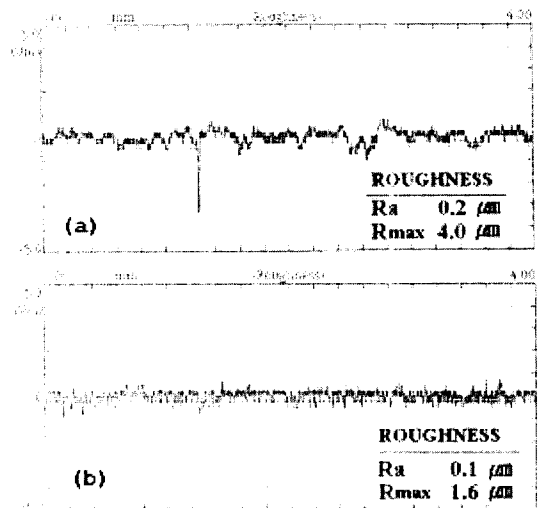


Fig. 3. Surface Roughness of the disk specimen (a) before and (b) after coating with tungsten disulfide powder.

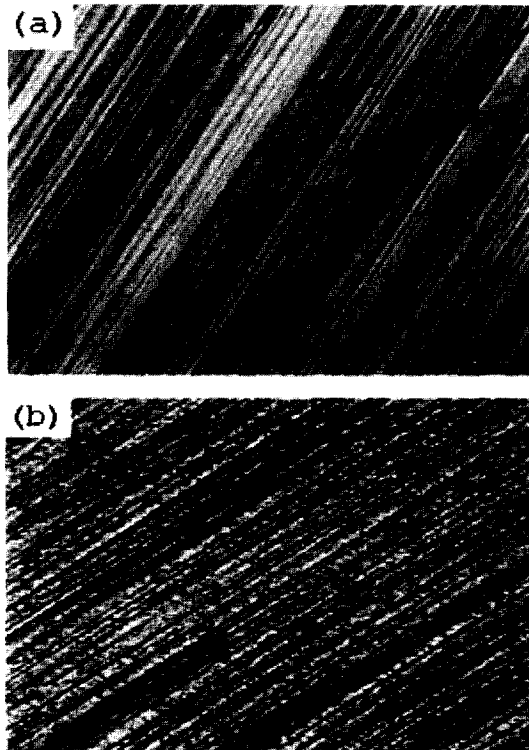


Fig. 4. Optical micrographs showing (a) as-ground and (b) WS_2 coated surfaces of disk (200 \times).

코팅전후의 디스크 표면의 광학현미경 사진을 나타내었다. (a)는 코팅전 디스크 시편의 광학현미경 사진으로서 연마휠의 연마흔이 그대로 남아 있음을 보여주고 있다. (b)는 코팅후의 디스크 시편의 광학현미경 사진으로 연마흔들이 WS_2 입자로 코팅되어 표면 상태가 매끄러워져 있음을 보여주고 있다. 표면거칠기 측정에서도 알 수 있듯이, 코팅 후 모재시편의 평균조도 및 최대 표면조도 값이 약 1/2로 감소하였다.

3-2. 시편구성에 따른 마찰·마모 거동

질소분위기하에서 가압하중 0.3 kgf, 회전속도 100 rpm의 조건으로 시험한 C+C, N+C, N+N 시편 구성의 마찰·마모 거동을 Fig. 5에 도시하였다. 안정된 마찰·마모 거동을 나타내는 순서는 C+C, N+C, N+N 이었다. N+C 시편의 경우 60분이 경과할 때까지 다소 높은 마찰계수를 유지하며 C+C 시편 구성과 유사한 거동을 나타내지만 그 이후에는 마찰계수가 급격히 증가하여 코팅층의 마모수명은 매우 짧음을 나타낸다. 이러한 결과로부터 접동되는 상대면도 동시에 코팅되어야 운

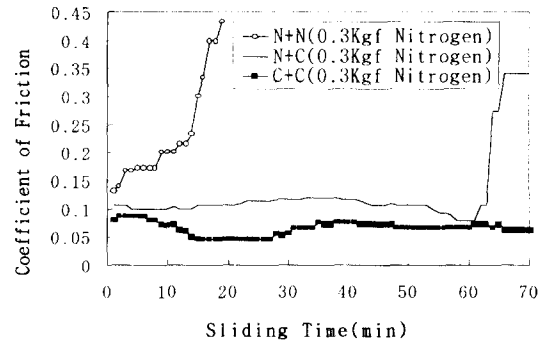


Fig. 5. Effect of specimen configuration on friction coefficient with respect to the sliding time under 0.3 kgf load in N_2 gas atmosphere.

활효과를 오래 지속시킬 수 있다는 것을 알 수 있다. 즉 기지와 윤활층이 강하게 결합되어 마찰시 윤활층 자체의 낮은 전단강도에 의해 윤활이 이루어져야 내구성있는 윤활제로 작용한다는 것을 알 수 있다.

3-3. 분위기에 따른 마찰·마모 거동

Fig. 6에 질소분위기 및 공기중에서의 WS_2 코팅시편의 마찰계수 측정 결과를 도시하였다. C+C 시편 구성으로 0.3 kgf의 가압하중과 100 rpm의 회전속도로 각각 질소분위기와 공기중에서 접동시켰을 경우, 공기중에서는 초기에 0.1 정도의 마찰계수를 나타내다가 15분 경과후에는 마찰계수 값이 0.13으로 증가하여 정상상태를 이루다가 30분이 지나면 마찰계수 값이 급격히 증가하기 시작하여 40분 후에 심한 진동과 소음이 발생하며 마찰계수 값이 0.4에 도달했다. 즉 마모수명이 4000 cycle 이다. 질소분위기의 경우, 일

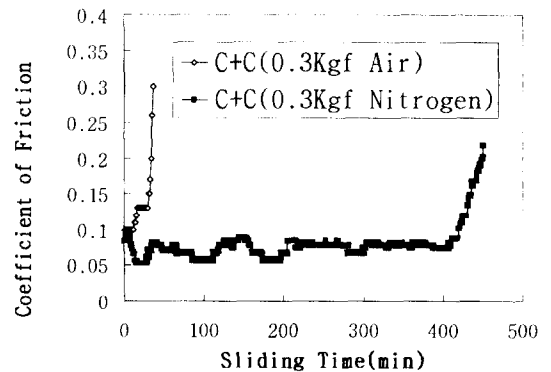
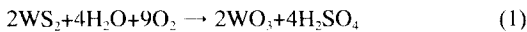


Fig. 6. Change of friction coefficient in air and nitrogen gas atmospheres.

시적으로 마찰저항이 증가되다가도 곧바로 안정된 상태를 반복하며 0.05~0.09 사이의 마찰계수를 유지하면서 400분이 지나도록 전반적으로 안정된 마찰·마모 거동을 나타내고 있다. 450분이 경과한 후 마찰저항이 증가하기 시작하여 45,000 cycle의 마모수명을 나타낸다. 정상상태에서의 평균 마찰계수가 공기중에서는 0.13이었으며 질소분위기에서는 0.07이었다. 즉 공기중 분위기에 비하여 질소분위기에서 마찰계수가 약 1/2 정도로 낮으며, 마모수명은 10배 이상 길다는 것을 알 수 있다. Prasad 등의 보고에서 PLD WS₂ film의 경우, 하중 1 N (100 g)의 조건에서 공기중 상대습도가 55~60%인 경우 마찰계수는 0.10~0.15, 마모수명은 4300 cycle 이하이며, 질소분위기에서는 마찰계수는 0.03~0.04, 마모수명은 70000 cycle 이상으로 보고하였다[5,6]. 이러한 사실은 WS₂ 코팅층이 대기중의 산소나 수증기에 큰 영향을 받고 있음을 나타낸다[7]. 이는 MoS₂와 마찬가지로 WS₂도 공기중에서 산소와 수분의 영향으로 다음과 같은



반응으로 WS₂가 WO₃로 일부 전이되어 윤활효과가 떨어지는 것은 물론이고 생성된 WO₃에 의한 연마마모 및 황산의 영향으로 모재의 일부가 침식되거나 코팅이 벗겨져 마찰계수가 증가하고 마모수명이 감소한다고 생각되어진다.

3-4. 회전속도에 따른 마찰·마모 거동

회전속도에 따른 마찰계수의 변화를 알아보기 위하여 C+C의 시편구성을 가압하중 0.3 kgf의 조건으로 질소분위기 및 공기중에서 회전속도를 50 rpm 에서 400 rpm까지 변화시키며 접동시킨 결과를 Fig. 7에 도시하였다. 그림에서 보듯이 질소분위기와 공기중에서 회전속도의 변화에 따른 마찰계수의 변화는 거의 없다. 아주 미소하기는 하지만 마찰계수가 공기중 분위기하에서 다소 감소하고, 질소분위기에서는 다소 증가하는 경향을 볼 수 있다. 이는 공기중 분위기하에서는 회전속도가 빨라짐에 따라 마찰열이 커져서 공기중의 수분의 일부가 증발하기 때문이다. 그러나 WS₂ 코팅층의 마찰·마모 거동은 회전속도와는 거의 무관함을 알 수 있다.

3-5. 하중에 따른 마찰·마모 거동

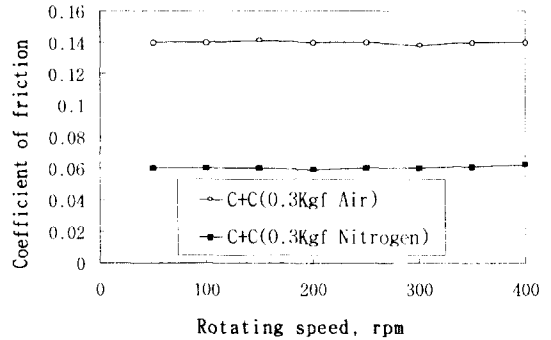


Fig. 7. Friction coefficient as a function of rotating speed under 0.3 kgf load in air and nitrogen atmospheres.

하중변화에 따른 마찰계수의 변화를 알아보기 위하여 C+C 시편구성으로 질소분위기에서 회전속도 100 rpm의 동일조건하에 0.3 kgf의 하중을 가한 경우와 0.5 kgf의 하중을 가한 경우의 시험 결과를 Fig. 8에 도시하였다. 0.3 kgf의 하중을 가한 경우 안정된 마모거동을 나타내는데 비하여 0.5 kgf의 하중을 가한 경우 60분이 경과되면 마찰저항이 증가하기 시작하였다. 본 연구에서는 접동 시편의 구성이 ball-on-disk이므로 점과 면이 접촉하기 때문에 하중에 대한 영향이 매우 민감하기는 하나 WS₂ 코팅층의 윤활성이 장시간 유지되기 위해서는 저하중의 경우가 좋은 조건임을 알 수 있었다.

Table 3에 분위기에 따른 마찰시편의 마찰계수 및 마모수명을 정리하였다. C+C 시편구성으로 가압하중 0.3 kgf, 회전속도 100 rpm 으로 시험하였을 때, 가장 양호한 마찰계수 0.07와 마모수명 45000 cycle 을 나타낸다.

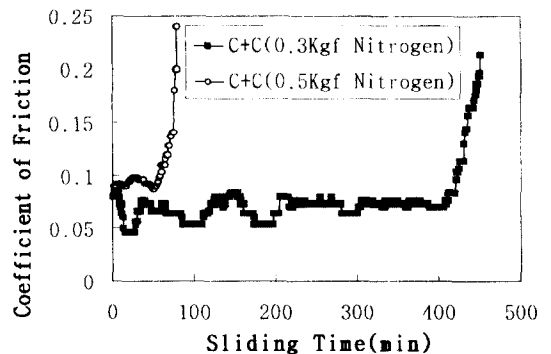


Fig. 8. Friction coefficient with respect to the loads of 0.3 kgf and 0.5 kgf in nitrogen atmosphere.

Table 3. Effect of atmosphere on the friction coefficient and wear life under 0.3 kgf load and 100 rpm

Atmosphere	Coefficient of friction	Wear life (cycle)
Air	0.1~0.15	4000
Nitrogen	0.05~0.1	45000

3-6. 마모흔 관찰

Fig. 9는 마찰·마모 시험 후 디스크 시편의 마모트랙(wear track) 부분의 마모흔(wear scar)을 SEM으로 관찰한 사진이다. (a)는 C+C 시편구성으로 질소분위기에서 0.3 kgf의 가압하중과 회전속도 100 rpm에서 450분간 시험한 후의 마모트랙을 나타낸 것이다. 마모트랙 내에 부분적으로 마모가 많이 진행된 부분과 WS_2 코팅층이 smooth한 면을 이루고 있는 부분으로 이루어져 있음을 알 수 있다. (b)는 C+C 시편구성으로 공기중에서 0.3 kgf의 하중과 회전속도 100 rpm에서 40분간 시험한 후의 마모트랙을 나타낸 것이다. 회전반경 형태로 보이는 부분은 WS_2 코팅층이 마모로 인하여 제거되어진 후 모재의 입자들까지 탈락된 것이다. 마모시간이 40분이지만 마모시간이 450분인 (a)와 비교해보면 탈락된 입자부분이 더 많고 그 크기도 더 크다는 것을 알 수 있다. 또한 마모트랙내의 평평한 면도 grooving 마모가 진행된 흔적을 관찰할 수 있다. 즉, 공기중에서는 생성된 WO_3 나 황산의 영향으로 연마마모가 일어나며 WS_2 코팅층이 쉽게 제거되어져 윤활효과를 장시간 지속시키기 어렵다는 것을 알 수 있다. Fig. 10의 (a)는 C+C 시편구성으로 질소분위기에서 0.3 kgf의 하중하에서 450분간 마찰·마모 시험 후의 사진인 그림 9의 (a)를 확대한 사진이다. A로 표시된 부분을 EDS로 분석한 결과를 Fig. 10(b)에 나타내었다. 450분의 마찰·마모 시험후에도 마모면의 평탄면에 WS_2 코팅층이 잔류되어 있음을 알 수 있다. B로 표시된 영역의 화학조성을 분석한 결과 모재의 성분과 동일한 Fe, Cr, Mn 등의 성분이었으며 주위의 WS_2 마모분이 나타나지 않았다.

4. 결 론

SUJ 2 모재 시편에 WS_2 를 건식 스프레이 방식으로 코팅하여 분위기, 가압하중, 회전속도, 시편구성을 변수로 하여 ball-on disk형 마모시험기로 시험한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

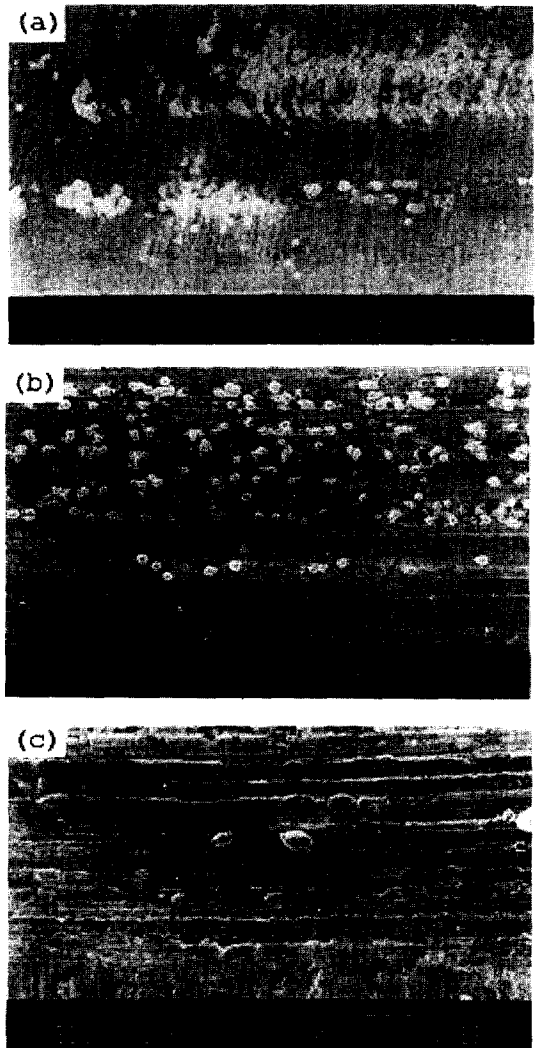


Fig. 9. SEM micrographs showing the wear scar of disk substrate after testing under 0.3 kgf load. (a) coated Ball-coated Disk in nitrogen, (b) coated Ball-coated Disk in air, (c) uncoated Ball-uncoated Disk in air.

1. WS_2 코팅한 볼과 디스크는 질소분위기, 낮은 하중 (0.3 kgf) 조건에서, 가장 양호한 마찰계수 0.07과 마모수명 45000 cycle을 나타내었다.
2. 공기중에서는 질소분위기에 비하여 WS_2 코팅층의 마찰계수는 2배 정도 증가하였고 마모수명은 1/10 이하로 감소하였다.
3. 가압하중이 클수록 마모수명은 짧았으며 회전속도는 분위기에 관계없이 마찰계수의 변화에 거의 영향을 미치지 않았다.

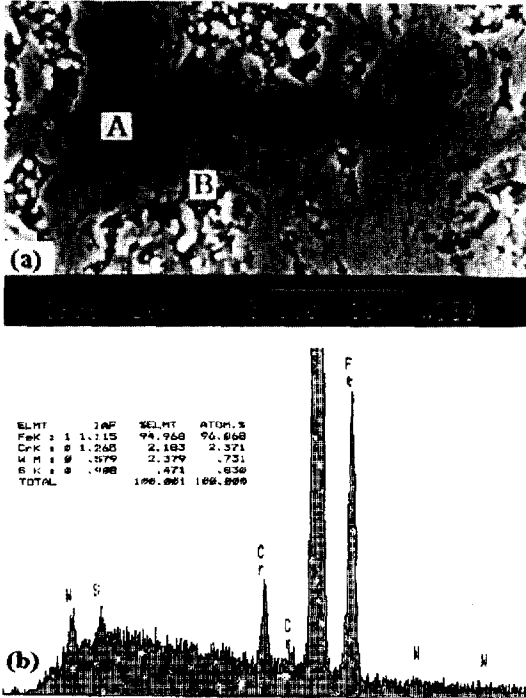


Fig. 10. Magnified SEM micrograph of (a) WS₂ coated substrate tested for 450 min under 0.3 kgf load in a nitrogen atmosphere, (b) EDS result of A region of the picture (a) shows the remaining WS₂.

4. 마모흔의 관찰 결과, 공기중 분위기에서 탈락된 입자부분이 더 많았다.

5. 위의 결과로부터 공기중의 산소와 수분이 WS₂ 고체윤활제의 마찰·마모 거동에 가장 큰 영향을 미치고 있음을 확인하였다.

감사의 글

본 연구는 한국과학재단 산학협력 연구비(962-0602-01-3) 지원으로 수행되었으며 지원에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. Braithwaite, E. R., "Graphite and Molybdenum Disulfide," Nucl. Eng., Vol.2, pp.107-110, 1957.
2. Braithwaite, E. R., "Friction and Wear of Graphite and Molybdenum Disulfide," Sci. Lubrication (London), Vol. 18, No.5, pp.17-21, 1966.
3. Hutchings, I. M., Tribology : Friction and Wear of Engineering Materials, Chap.3, pp.48-51, St Edmundsbury Press, Great Britain, 1992.
4. Magie, P. M., "A Review of the Properties and Potentials of The New Heavy Metal Derivative Solid Lubricants," Bemol Inc., Newton Massachusetts.
5. Prasad, S. V., Zabinski, J. S., "Pulsed-laser Deposition of Tungsten Disulphide Films on Aluminium Metal-Matrix Composite Substrates," J. Mater. Sci. Lett., Vol.11, pp.1282-1284, 1992.
6. Prasad, S. V., Zabinski, J. S., "Tribology of Tungsten Disulphide (WS₂): Characterization of Wear-induced Transfer Films," J. Mater. Sci. Lett., Vol.12, pp.1413-1415, 1993.
7. Lancaster, J. K., "A Review of the Influence of Environmental Humidity and Water on Friction, Lubrication and Wear," Tribology International, Vol.6, No.23, pp.371-389, 1990.