

# WS<sub>2</sub> 고체윤활제의 합성 및 구름베어링 적용

신 동우, 윤 대현, 최 인혁, 김 경도

경상대학교 재료공학부 무기복합재료연구실, 첨단소재연구소, 경남 진주 660-701

---

## Synthesis of WS<sub>2</sub> Solid Lubricant and Its Application to the Ball Bearing

Dong-Woo Shin, Dae-Hyun Yoon, In-Hyuck Chair and Kyeong-Do Kim

Kyongsang National University, Division of Materials Science and Engineering,  
Ceramic Matrix Composites Lab., AMRI, Kyongnam, Chinju 660-701, Korea

### ABSTRACT

The processing conditions for the synthesis of platelet WS<sub>2</sub> lubricant powder through the solid-gas reaction were optimized. The tungsten and sulfur powders were sealed in a vacuum of 10<sup>-6</sup> torr, prior to heat-treating at 850°C for 8 days. The reaction product showed the well-developed platelet WS<sub>2</sub> powder with an average size of 3.8 μm. The synthesized WS<sub>2</sub> powder was coated on the commercial deep grooved ball bearing (No. 6203) to examine the effects of WS<sub>2</sub> coating layer on the noise and endurance of the ball bearing. The level of noise obtained from WS<sub>2</sub> coated-ball bearing was higher (56 dB) than the value occurred in the case of greece (37 dB). The life-time of the ball-bearing assembled after coating WS<sub>2</sub> powder increased 50 times compared to the non-coated ball-bearing.

**Key-words** : WS<sub>2</sub> lubricant powder, solid-gas reaction, ball bearing,  
noise test, endurance test

### 요약

진공중에서 고상-기상 반응에 의한 WS<sub>2</sub> 고체윤활제 합성의 최적조건을 확립하였다. W와 S 분말을 10<sup>-6</sup> torr의 진공으로 밀봉한 후, 850°C에서 8일간 열처리하였을 때 반응생성물은 평균입도 3.8 μm의 잘 발달된 판상형의 WS<sub>2</sub> 분말을 보여주었다. 합성한 WS<sub>2</sub> 고체윤활제를 상용 구름베어링 (규격 : 6203)에 코팅하여 소음시험과 내구수명 시험을 하였다. 자체 합성 WS<sub>2</sub> 를 코팅한 구름베어링의 소음은 56 dB이었으며, 일반 그리이스 주입 베어링의 37 dB에 비하여 소음의 정도가 현저히 높음을 알 수 있었다. 구름베어링에 WS<sub>2</sub> 고체윤활제를 적용하여 내구성 시험을 한 결과, 코팅을 한 후 조립한 베어링의 경우가 코팅하지 않은 것보다 약 50배 정도의 우수한 내구성을 나타내었다.

## 1. 서론

Graphite는 상온, 습도 분위기에서는 매우 낮은 마찰계수를 나타내지만 500℃ 이상의 고온 산화분위기에서는 산화에 의해 마찰계수가 급격히 상승하고 진공분위기에서는 윤활특성이 낮으므로 항공기 등의 접동부품의 윤활제로는 적용이 힘들다 [1, 2].

MoS<sub>2</sub>는 내산화성이 낮아서 250℃ 이상의 온도에서 MoS<sub>2</sub>가 MoO<sub>3</sub>로 전이될 뿐 아니라 마찰계수도 급격히 높아지며 습도, 온도 등의 작동환경에 따라 마찰계수가 민감하게 변한다[3, 4].

WS<sub>2</sub> 고체윤활제는 graphite나 MoS<sub>2</sub>에 비하여 내산화성이 크고, 가혹 환경에서의 윤활특성이 우수할 뿐 아니라, 최저 온도 -273℃ 부터 최고 온도 650℃까지 graphite보다 낮은 마찰계수를 나타내며 진공상태에서는 1000℃까지 처리표면의 변형없이 사용할 수 있는 것으로 알려져 있다[3, 5]. 또한 상온에서 건식코팅하여 부재와 결합강도가 큰 얇은 코팅층을 얻을 수 있으므로 금속, 플라스틱, 세라믹스 등의 부재에 코팅이 가능하다. 현재 WS<sub>2</sub>는 고부가가치 항공기 부품 및 정밀기계류 등에 광범위하게 적용되고 있다.

본 연구의 목적은 고상-기상 반응에 의한 WS<sub>2</sub> 고체윤활제 합성에 대한 최적조건을 획득하고, 합성된 WS<sub>2</sub> 고체윤활제를 상용 구름베어링(규격 : 6203)에 적용하여 일반 구름베어링에 대한 WS<sub>2</sub> 고체윤활제 코팅시의 각종 특성을 규명하는데 있다.

## 2. 실험방법

### 2.1 WS<sub>2</sub> 고체윤활제의 합성

공업용 텅스텐과 황 분말을 이용한 WS<sub>2</sub> 고체윤활제 합성의 최적 조건을 확립하기 위하여, 먼저 플라스틱 병에 텅스텐 (>순도 99.9%, 평균입자크기 0.64 μm, 대한중석)과 황 (>99.5% 순도, 미원상사)을 1 : 2.2의 몰비로 투입하고 반응촉진제로 요오드(Iodine)를 3.5 wt% 첨가한 후, 테프론 볼을 장입하고 건식 혼합 방법으로 24시간 혼합하였다. 한 쪽이 밀봉된 지름 18 mm의 석영관에 혼합분말을 10 g씩 장입하고 석영관과 분말내에 존재하는 습기를 제거하기 위하여, 10<sup>-2</sup> torr의 진공을 뽑은 후 아르곤(Ar) 가스를 주입한 상태에서 토치로 석영관 주위를 아래에서 위로 약하게 가열하며 지나가는 과정을 두 번 반복하였다. Diffusion pump를 이용하여 10<sup>-6</sup> torr의 진공으로 뽑은 다음, 길이가 200 mm 되도록 석영관을 회전시키며 골고루 토치로 가열하여 진공에 의해 밀봉이 되도록 하였다. 그림 1에 석영관에 원료 분말을 장입하고 고진공으로 밀봉하기 위하여 사용한 장치의 개략도를 도시하였다. 원료 분말이 진공으로 밀봉된 석영관을 550℃에서 24시간 예비 가열한 후, 850℃에서 열처리시간을 달리하여 열처리하였다. 가열 시간에 따른 합성 분말의 결정상, 입자형상, 입도분포를 조사하여 WS<sub>2</sub> 고체윤활제 합성의 최적조건을 확립하였다.

### 2.2 합성분말의 특성 분석

열처리 시간을 달리하여 합성한 반응생성물을 XRD, SEM, 입도분석기 등을 사용하여 결정상, 입자형상, 입도분포 등을 분석하였다. XRD 분석시, 같은 양의 분말을

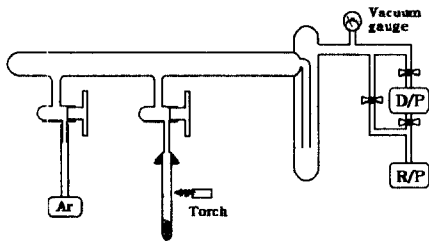


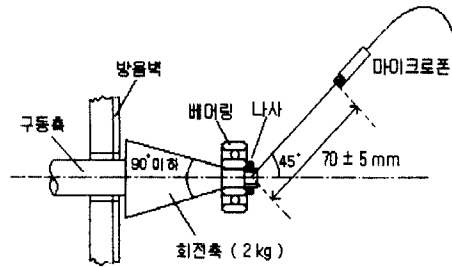
Fig. 1. Preparation of vacuum sealing for the reaction of W and S powder.

판상형의 입자임을 고려하여 특정 방향으로 입자의 방향이 편향되지 않고 입자가 두께 방향으로도 조사될 수 있도록 샘플 holder 내에서 날카로운 칼날을 이용하여 입자를 다진 후  $CuK\alpha$  X-ray로 분석하였다. SEM으로 분말의 입자 형상을 관찰시 알코올에 분말을 넣고 초음파로 입자들을 충분히 분산시킨 후, 접착성 있는 면에 스폰이드로 한 방울 떨어뜨린 다음 건조하여 관찰하였다. 입도분석시 입자들의 분산을 위하여 증류수에 분산제와 함께 합성 분말을 넣고 초음파로 분산시킨 후 측정하였다.

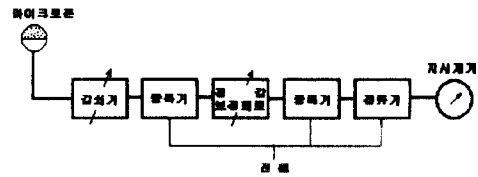
### 2.3 $WS_2$ 코팅 베어링의 소음시험

최적 합성 조건에서 제조된  $WS_2$  고체윤활제를 건식 스프레이 방식으로 6203 규격의 상용 구름베어링에 코팅하였다. 액상윤활제를 첨가하지 않고 소음실에서 Anderson 측정기를 사용하여 작동시 발생하는 소음을 측정하였다. 그림 2에 소음측정 장치의 개략도와 소음측정기의 구조를 도시하였다. 일반 그리이스 주입 베어링과

탈지유 세척 베어링의 경우도 같은 방법으로 소음시험을 행하였다.



(a) Apparatus for the noise test.



(b) Assembly of measuring instruments for noise detection.

Fig. 2. Schematic of the apparatus for the noise test of ball bearing.

### 2.4 $WS_2$ 코팅 베어링의 내구수명시험

자체 합성한  $WS_2$  고체윤활제를 상용 구름베어링에 건식 스프레이 방식으로 코팅하였다. 또한 각각의 부품을 고체윤활제로 코팅한 후 구름베어링을 조립한 시험편을 준비하였다. 축 베어링에 고정된 회전축에 구름베어링이 장착된 치구를 고정하였다. 치구 끝에 나사를 설치하여 로드셀과 가는 끈으로 연결하여 회전시 치구에 걸리는 토크가 로드셀에 전달되게 하였다. 토크를 측정하여 구름베어링의 내구

성을 평가하였다. 내구수명 시험장치의 모식도를 그림 3에 도시하였다. 작동 시 토 오크가 갑자기 증가하는 곳에서 베어링이 마모된 것으로 간주하였다. 시험편은 코팅하지 않은 시험편, 조립된 상태에서 코팅한 시험편, 코팅 후 조립한 시험편으로 하여 내구수명시험을 행하였다.

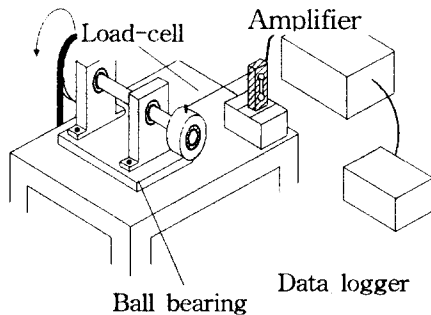


Fig. 3. Schematic of the endurance test of ball bearing

### 3. 결과 및 토론

#### 3.1 합성 $WS_2$ 고체윤활제의 특성

그림 4에 열처리 시간을 달리하여 고상-기상 반응에 의해 합성된  $WS_2$  반응생성물의 X-선 회절분석(XRD) 결과를 도시하였다. 24시간 이상의 열처리부터 2H- $WS_2$  peak와 일치하는 패턴을 보여주었다. 같은 양의 분말을 같은 조건으로 분석하였기 때문에 intensity의 정도가 결정화의 정도를 나타낸다. 반응시간이 길수록 peak의 강도가 높아지는 것으로 보아 반응시간이 길수록 2H- $WS_2$  결정이 더 잘 발달하고 성장함을 짐작할 수 있다.

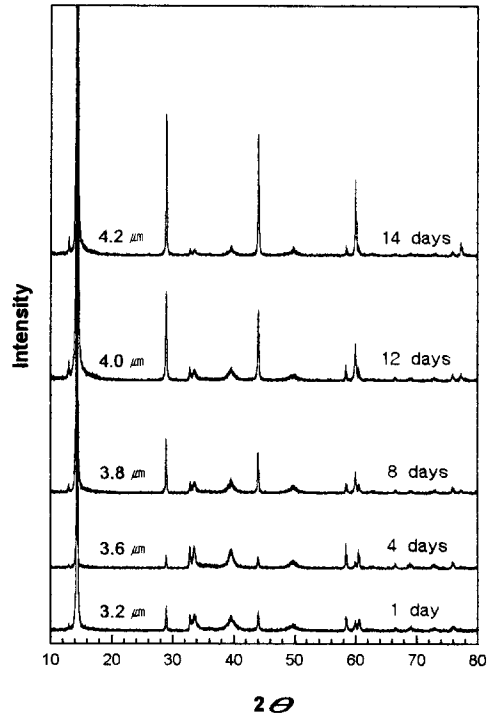


Fig. 4. XRD patterns of the  $WS_2$  powder synthesized by solid-gas reactions for various heating times.

그림 5는 열처리 시간을 달리한 반응생성물의 SEM 사진이다. XRD 분석에서 예견하였듯이 반응시간이 증가할수록 판상형 결정이 더 잘 발달하고 있음을 알 수 있다. 고체윤활제로 적용 가능한 2H- $WS_2$ 를 제조하기 위해서는 W와 S분말을 진공으로 밀봉한 후 850°C에서 최소한 8일 이상을 열처리하여야 함을 보여준다.

합성한  $WS_2$  분말을 독일 Fritsch사의 analysette 22 (분석범위 0.16~1250  $\mu m$ )를 사용하여 입도를 분석한 결과, 1일, 4일, 8일, 14일의 열처리 후에 0.64  $\mu m$ 의 텅스텐 입자가 각각 평균입도 2.94, 3.65, 3.83,

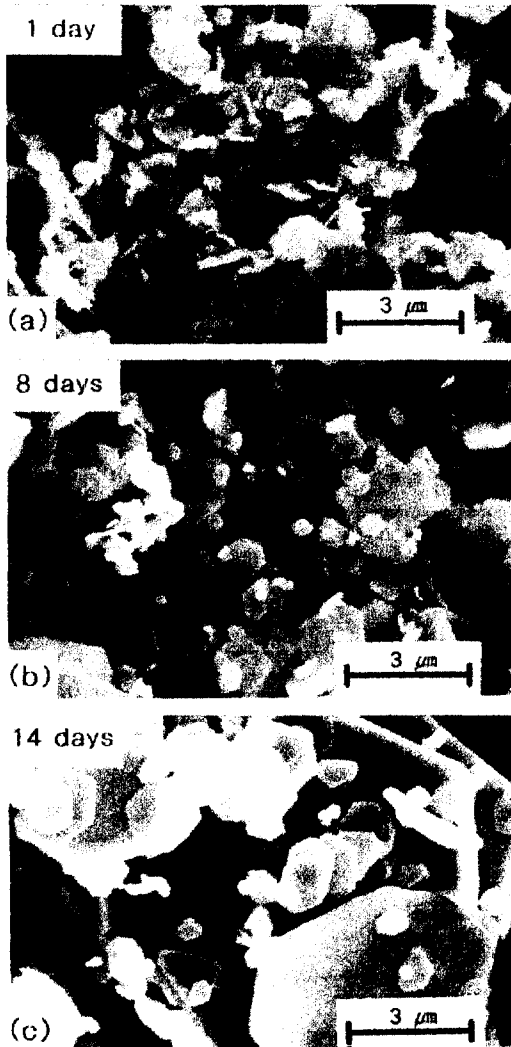


Fig. 5. SEM micrograph showing the shape of WS<sub>2</sub> platelet. The synthesized WS<sub>2</sub> were formed as hexagonal plates.

4.23 μm의 2H-WS<sub>2</sub> 결정으로 성장하였음을 알 수 있었다.

공업용 텅스텐과 황 분말을 10<sup>-4</sup> torr 진공으로 밀봉한 후 850℃에서 열처리 시

간을 달리하여 합성한 결과, 1일 이상의 열처리로 2H-WS<sub>2</sub> 결정상을 얻을 수 있었으며 8일 이상의 열처리함으로써 평균입도 3.83 μm를 갖는 잘 발달된 육각판상형의 2H-WS<sub>2</sub> 결정상을 얻었다.

### 3.2 소음시험

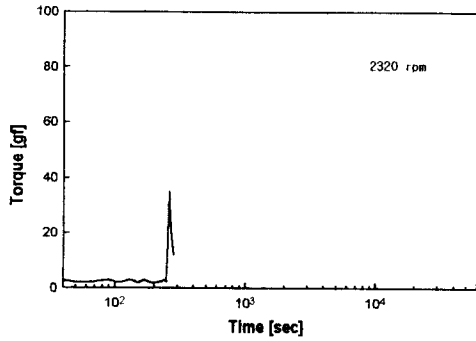
표 1에 자체 합성 WS<sub>2</sub>를 코팅한 구름 베어링의 소음측정 결과를 정리하였다. 코팅한 베어링의 경우 소음 측정값이 57 dB 정도였으며, 약 30 dB 정도의 값을 나타내는 일반 그리이스 주입 베어링과 탈지유 세척 베어링에 비하여 소음의 정도가 현저히 높음을 알 수 있었다. 이로부터 WS<sub>2</sub> 고체윤활제만을 코팅한 베어링을 사용하기 보다는 WS<sub>2</sub> 코팅후 일반 윤활제를 투여하여야 소음을 줄일 수 있다는 사실을 확인하였다.

Table 1. Results of noise test of rolling bearing

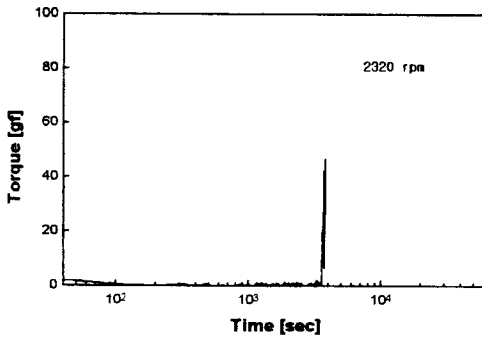
코팅 원료 및 윤활제	측정값 (dB)	
합성 WS <sub>2</sub> 원료	1	57
	2	56
일반 그리이스	32	
탈지유 세척	39	

### 3.3 내구수명측정

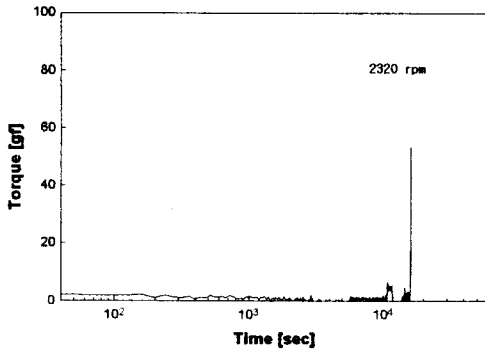
코팅 조건이 다른 세 종류의 시험편을 토오크의 측정에 의해 내구수명시험을 한 결과, 코팅조건코팅하지 않은 경우는 약 5 분, 코팅한 경우는 약 60분 그리고 코팅한 후 조립한 베어링의 경우 약 260분 후에



(a) Non-coated bearing



(b) Coated bearing



(c) Assembled bearing after coating.

**Fig. 6.** The endurance test of deep grooved ball-bearing : dependence of torque on the  $WS_2$  coating conditions.

갑자기 토오크가 증가하였다. 이것으로 미루어 코팅한 후 조립한 구름베어링의 경우가 가장 양호한 코팅 효과를 나타냄을 알 수 있었다. 이는 조립된 상태에서  $WS_2$  고체윤활제를 스프레이 코팅할 경우 베어링 내부의 볼에 고르게 코팅되지 않기 때문인 것으로 생각된다. 구름베어링에  $WS_2$  고체윤활제를 적용시 윤활효과를 극대화하기 위해서는 각 부품을 코팅한 후 조립하는 것이 요구된다. 시간에 따른 토오크의 변화를 통한 베어링 내구성 시험의 결과를 그림 6에 나타내었다.

#### 4. 결론

$WS_2$  고체윤활제 합성 조건의 최적화를 위하여, 열처리시간을 달리하여 고상-기상 반응에 의해  $WS_2$  고체윤활제를 합성하고 합성된 분말을 상용 구름베어링에 적용하여 소음시험과 내구수명시험을 한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 고체윤활제로 적용 가능한 육각판상형이 잘 발달된 2H- $WS_2$ 를 제조하기 위해서는 W와 S 분말을  $850^\circ C$ 에서 최소한 8일 이상 열처리하여야 한다.

2. 자체합성  $WS_2$ 를 코팅한 구름베어링의 소음은 약 56 dB이었으며 일반 그리이스 주입 베어링과 탈지유 세척 베어링에 비하여 소음 정도가 현저히 높았다.

3. 구름베어링에  $WS_2$  고체윤활제를 적용하여 코팅조건을 달리하여 내구성 시험을 한 결과, 코팅을 한 후 조립한 베어링의 경우가 코팅하지 않은 것보다 약 50배, 조립된 상태에서 코팅한 것보다 약 4배 정도의 우수한 내구성을 나타내었다.

## 감사의 글

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

## 참고문헌

1. R. H. Savage, "Graphite Lubrication," J. Appl. Phys., 19, 1-10 (1948)
2. P. J. Bryant, R. L. Gutshall and L. M. Taylor, "A Study of Mechanisms of Graphite Friction and Wear," Wear 7, 118-126 (1964)
3. I. M. Hutchings, "Solid Lubrication," in Tribology : Friction and Wear of Engineering Material, pp 73-76, St. Edmundsbury Press, Great Britain (1992)
4. I. M. Feng, "Lubricating Properties of Molybdenum Disulfide," Lubri. Eng., 8, 285-289 (1952)
5. U. S. Military Specification DoD-L-85645