

## 반응소결 탄화규소의 접동조건에 따른 마찰계수 및 미세구조

김호균 · 김인섭 · 이병하

명지대학교 공과대학 무기재료공학과  
(1994년 12월 7일 접수)

### Friction Coefficient and Microstructure of Reaction-Bonded Silicon Carbide According to Sliding Conditions

Ho-Kyoun Kim, In-Sub Kim and Byung-Ha Lee

Dept. of Inorg. Mater. Eng., Myong Ji Univ.

(Received December 7, 1994)

#### 요 약

반응소결 탄화규소는 고경도, 고강도, 내침식성 및 내마모 특성이 우수할 뿐만 아니라 제조방법이 용이하기 때문에 우수한 접동재료로 사용되고 있다. 본 연구에서는  $\alpha$ -SiC와 C의 혼합분말의 성형체를 제조한 후 1750°C의 감압 분위기에서 용융 Si를 성형체내에 침투시켜 소결시편을 제작하였다. 마찰마모 시험은 ball-on-plate형 마모시험기에서 가압하중, 접동속도, 접동시간 및 접동분위기 등의 조건변화에 따른 마찰계수 측정 및 마모면 관찰을 행하였다. 그 결과 가압하중과 접동속도가 증가할수록 마찰계수는 감소하였으며, 접동 분위기 중에서는 윤활유 분위기에서 마찰계수 0.05로써 가장 우수한 마찰특성을 나타내었다. 또한 마모면 분석 결과 미소입자의 이탈부위와 우선 마모된 free silicon 영역들이 액체 저장소 역할을 함으로써 마찰저항을 감소시킴을 알 수 있었다.

#### ABSTRACT

Reaction-bonded SiC-Si material was fabricated by infiltration of Si melt into a mixture of  $\alpha$ -SiC and carbon at 1750°C under the vacuum atmosphere. Wear properties were analyzed by ball-on-plate wear tester, changing loading weight, sliding speed, sliding time and atmosphere. Results showed that the friction coefficient was decreased with increasing load and sliding velocity. The lowest friction coefficient of 0.05 was obtained under an oil atmosphere. The analysis of the wear surface indicated that the areas where particles were pulled out and where free silicon particles worn out preferentially serve as liquid reservoirs to decrease the wear resistance.

**Key words:** Reaction-bonded SiC, Wear properties, Ball-on-plate

#### 1. 서 론

반응소결 탄화규소(reaction bonded silicon carbide)는  $\text{Si} + \text{C} \rightarrow \text{SiC}$ 의 반응을 이용하여 소결시킨 Si-SiC 복합재료이다. 가장 대표적인 소결법은 1500~1800°C의 감압 분위기에서  $\alpha$ -SiC와 C의 혼합분말의 성형체중에 용융 Si를 모세관 현상에 의해서 침투시켜 새로운 SiC를 반응 생성하여 소결하는 방법이다. 반응소결법은 낮은 소결 온도에서도 기공이 거의 없는 치밀질의 소결체를 제조하기가 용이하며 소결 수축율이 1% 미만으로 복잡형상, 대형제품, 치수정밀성을 요하는 제품의 실용화에 유리하다. 이러한 장점을 갖는 반응 소결 탄화규소는 접동

특성, 내침식성, 내마모성, 열전도성, 고온강도특성이 우수하며 제조가 용이하기 때문에 산업적으로 다양한 분야에 응용된다. 이러한 특성을 이용하여 산업화에 활용되고 있는 분야로는 기계 밀봉제, 펌프부품, 밸브부품, 접동베어링, 버너 부품, 노즐, 열교환기, 화학 프랜트용 치구등이 있다. 이중 반응소결 탄화규소가 가장 주목받고 있는 분야는 기계밀봉장치를 비롯한 접동재료분야이다. 종래의 접동재료는 금속, 알루미늄, 초경합금 등이 사용되어 왔으나 최근들어 접동 특성이 우수한 반응소결 탄화규소로의 전환이 활발히 진행되고 있다. 이와 같이 반응소결 탄화규소가 기계부품으로서 사용되는 경우에 피할 수 없는 것이 마찰과 마모의 문제이다. 기계의 접촉

접동부에서는 언제나 마찰마모가 일어나기 때문에 이것이 기계의 효율 및 수명에 직접 관계하는 경우가 많다<sup>3)</sup>.

재료의 마찰마모 특성치는 원료의 특성, 제조공정 특성, 평가시료 준비조건 및 접동조건등에 이르기까지 복합적으로 관계된다. 또한 다른 종류의 특성치와 달리 마찰마모는 측정방법과 접동조건등에 많은 영향을 받는다고 알려져 있으며, 특히 마찰 마모시의 하중, 속도, 온도, 분위기, 윤활상태 등 다수의 인자에 영향을 받는 매우 복잡한 현상으로 알려져 있다<sup>14)</sup>. 따라서 본 연구에서는 마찰마모 특성이 우수한 반응소결 탄화규소 소결체를 제조하여 간단한 부가장치에 의한 비교적 광범위한 접동조건을 측정할 수 있는 ball-on-plate type 마모 시험기에 의해 여러가지 접동조건 변화에 따른 마찰계수 및 미세구조 특성에 대하여 연구하였다<sup>25)</sup>.

## 2. 실험방법

### 2.1. 출발원료 및 시편의 제조

본 연구의 제조공정 흐름도를 Fig. 1에 나타내었다. 출발원료는 2~15 μm 입径의 α-SiC 분말과 비표면적이 198 m<sup>2</sup>/g인 카본블랙 및 금속 실리콘 분말을 사용하였다. 시편제조를 위한 조합은 α-SiC 80 wt%와 카본블랙 20 wt%를 진동분말에서 3시간동안 건식 혼합한 후 성형보조제인 PVA 용액을 첨가하여 mixer에서 15분간 혼합하고 50 mesh sieve를 전통시킨 후 750 kg/cm<sup>2</sup>의 성형압으로 일축가압 성형하였다. 이와 같이 성형된 시편은 100°C에서 24시간 건조한 후 BN으로 도포된 graphite

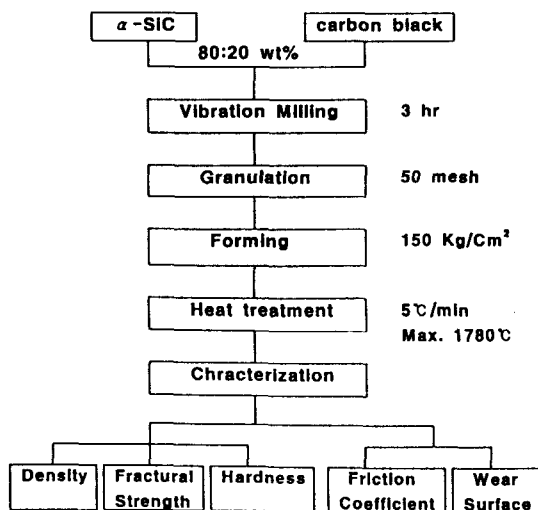


Fig. 1. Schematic diagram of experimental procedure.

plate 위에 성형체 무게의 80% 정도로 Si를 과량 바닥에 깔은 후 그 위에 시편을 올려놓은 다음 진공 소결로에 넣어 5°C/min의 승온속도로 1750°C에서 1시간 열처리하여 소결시편을 제작하였다. 이 경우 진공 소결로는 진공도가 3 Torr 정도로써 graphite 발열체를 사용하여 최고 2000°C까지 승온 가능한 소결로를 사용하였다.

Table 1은 반응소결 탄화규소의 기계적 물성 측정결과를 나타내었다. 소결시편의 밀도를 측정하기 위하여 소결시편에 부착된 실리콘을 제거한 후 4개의 시편을 아르키메데스법으로 측정하여 평균하였으며, 3점 곡강도는 3×3×45 mm 크기로 diamond cutting wheel로 절단한 후, 표면을 400 mesh diamond wheel을 사용하여 평면 연마하였다. 재료 시험기(MTS 810, U.S.A)에서 span 25 mm, cross head speed 0.5 mm/min의 조건으로 4개의 시편을 측정하여 평균하였다. 경도측정은 로크웰 경도 측정기(Wilson seris 500, U.S.A)를 사용하여 minor load 3 kg,와 major load 15 kg,인 15N scale로 10회 측정하여 평균하였으며 마모면의 미세구조는 광학현미경(Carlzeiss Axio Phot, Germany)을 이용하여 관찰하였다.

### 2.2. 마찰 마모 시험

마찰마모 시험은 간단한 부가장치에 의한 비교적 광범위한 접동조건을 측정할 수 있는 ball-on-plate 마모 시험기(EFM-III-F, Japan)를 사용하였다. 가압방식은 회전축을 수동조작식으로 최고 가압하중은 500 kg,이며 접동속도는 4000 mm/sec까지 가능한 장치이다. 접동상태 재료는 비중 3.18 g/cm<sup>3</sup>, 비이커스 경도 2500 kg/mm<sup>2</sup>를 갖는 상압소결 탄화규소 ball을 사용하였다. plate 시편은 다이아몬드 휠(400#)로 35×45×6 mm의 크기로 연삭하여 사용하였으며, 이때의 평균 조도값은 0.057 μm, Rmax 값은 1.058 μm이었다. 마찰마모 시험은 가압하중을 2, 3, 4 kg, 접동속도는 250, 350, 550 mm/sec, 접동시간 변화는 3시간까지, 접동분위기는 윤활유, 물, 공기

Table 1. Physical and Mechanical Properties Composite

Properties	Composition	Si-SiC
Density g/cm <sup>3</sup>		3.06
Rockwell Hardness 15-N		96.0± 0.4
Flexural strength MPa		371± 7
Compressive strength MPa		2525
Young's modulus GPa		420

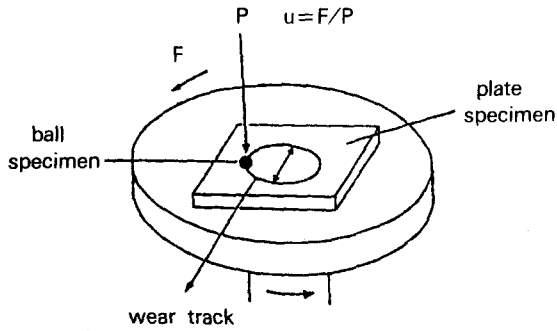


Fig. 2. Schematic illustration of ball-on-plate method.

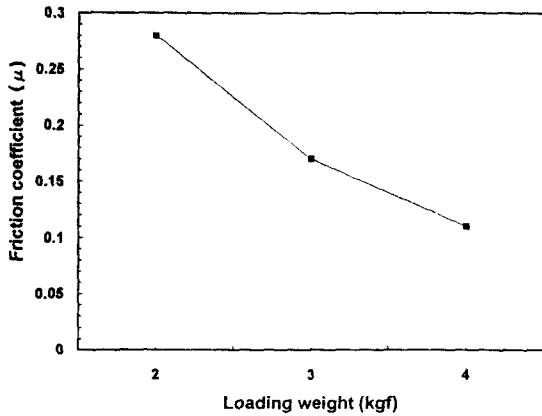


Fig. 3. Variation of friction coefficient with loading weight.

분위기 조건하에서 행하였다. Fig. 2는 본 실험에 사용된 ball-on-plate형 마찰 마모 시험기의 plate와 상대접동재료인 상압소결된 SiC ball과의 구성을 나타낸 것이다. 즉, 회전하는 plate 시편에 ball 형상의 시편을 일정하중으로 가한 상태에서 마찰력을 측정후 마찰계수를 구하였으며 이때, 마찰계수는 마찰력을 가압하중으로 나누어 구하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1. 하중에 따른 마찰계수 및 미세구조 변화

Fig. 3은 750 kg/cm<sup>2</sup>의 성형압으로 제조한 반응소결 SiC plate와 상압소결 SiC ball을 상대접동 재료로 ball-on-plate형 마모시험기에서 접동속도 400 mm/sec, 접동거리 2.1 km의 일정한 조건에서 가압하중을 2 kg<sub>f</sub>, 3 kg<sub>f</sub>, 4 kg<sub>f</sub>로 변화시켜 물속에서 마모시험한 결과의 마찰계수를 나타낸 것이다. 가압하중이 증가함에 따라 마찰계수는 0.28, 0.17, 0.11로 감소된 결과를 나타내었다. 그

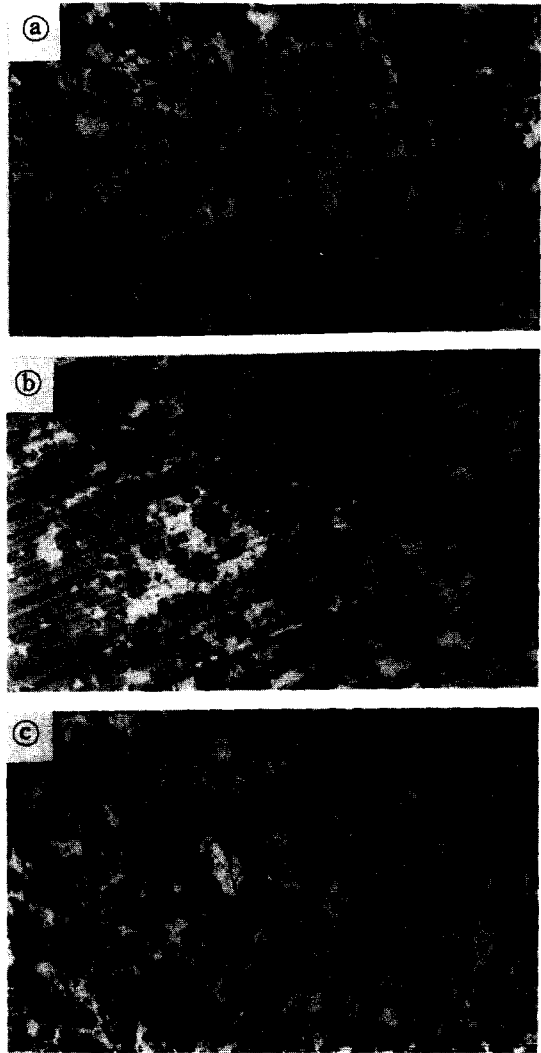


Fig. 4. Optical micrographs of wear surface according to loading weight of (a) 2 kg<sub>f</sub>, (b) 3 kg<sub>f</sub>, (c) 4 kg<sub>f</sub>, respectively (×400 magnification).

이유를 조사하기 위하여 마모면의 미세구조를 관찰하여 Fig. 4에 나타내었다.

Fig. 4는 마모 시험후의 plate 시편의 마모면을 광학 현미경으로 관찰한 결과를 나타낸 것으로서 Fig. 4(a)에서는 부분적으로 입자들이 이탈됨을 알 수 있는데 이것은 마모면의 shear force에 대한 입자가 버티는 인장력이 적을 경우 입자들이 이탈하게 되는 결과로 생각되어진다<sup>7)</sup>. 이러한 현상은 Fig. 4의 (b), (c)에서 더욱 진전되어져 하중이 증가함에 따라 입자의 이탈부위는 증가하며 거친 마모면을 나타내고 있음을 알 수 있다. 즉,

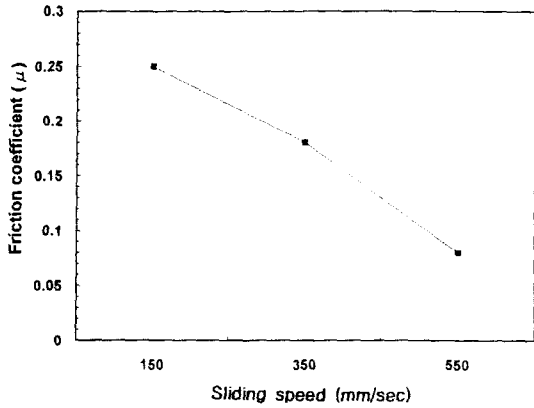


Fig. 5. Variation of friction coefficient with sliding speed.

하중이 증가함에 따라 마찰계수가 감소되는 결과는 입자의 이탈부위가 상대접동재료와의 마찰저항을 증가시키기보다는 액체 저장소 역할을 함으로써 마찰계수를 감소시킴을 알 수 있다<sup>8-10</sup>.

### 3.2. 속도에 따른 마찰계수 및 미세구조 변화

접동속도는 하중과 같이 마찰발열을 통하여 접동면의 변화를 일으키며 ceramic에서는 고속역에서의 연속적인 미소파괴에 의한 급속한 마모가 진행된다고 알려져 있다<sup>9</sup>. SiC의 마모기구를 보고한 S.A. Horton 등은 SiC의 마모시험 결과 저속도에서 소성변형과 고속에서의 취성파괴(brittle fracture)가 주된 마모기구라고 보고하였으며<sup>10</sup> K. Miyoshi는 접동후 마모면의 현미경 관찰을 통해 grain들의 relief구조(凹,凸)가 형성되어 있는 것을 확인하고 이때 凹 형상에서는 유체저장소 효과를 제공한다고 보고하고 있다<sup>12</sup>. 가압하중 3 kg, 물속 분위기에서 접동거리 2.1 km의 일정한 조건에서 접동속도를 150, 350, 550 mm/sec로 변화시켜 마모 시험한 결과의 마찰계수를 Fig. 5에 나타내었다. 접동속도가 증가함에 따라 마찰 계수는 0.25, 0.18, 0.08로 감소된 결과를 나타내었다. 그 이유를 조사하기 위하여 마모면의 미세구조 분석을 Fig. 6에서 행하였다. Fig. 6은 마모 시험후의 plate 시편의 마모면을 광학 현미경으로 관찰한 결과를 나타낸 것으로서 S.A. Horton이 제시한 바와 같이 접동속도가 증가함에 따라 미소진동에 의한 충격으로 입자 이탈부위가 증가된 결과에 기인한 것으로 생각된다<sup>6,7</sup>. 즉 접동속도가 증가할수록 마찰계수가 감소되는 결과는 이러한 입자 이탈부위와 凹하게 마모되어진 free silicon 영역들이 액체저장소 역할을 함으로써 마찰계수가 감소됨

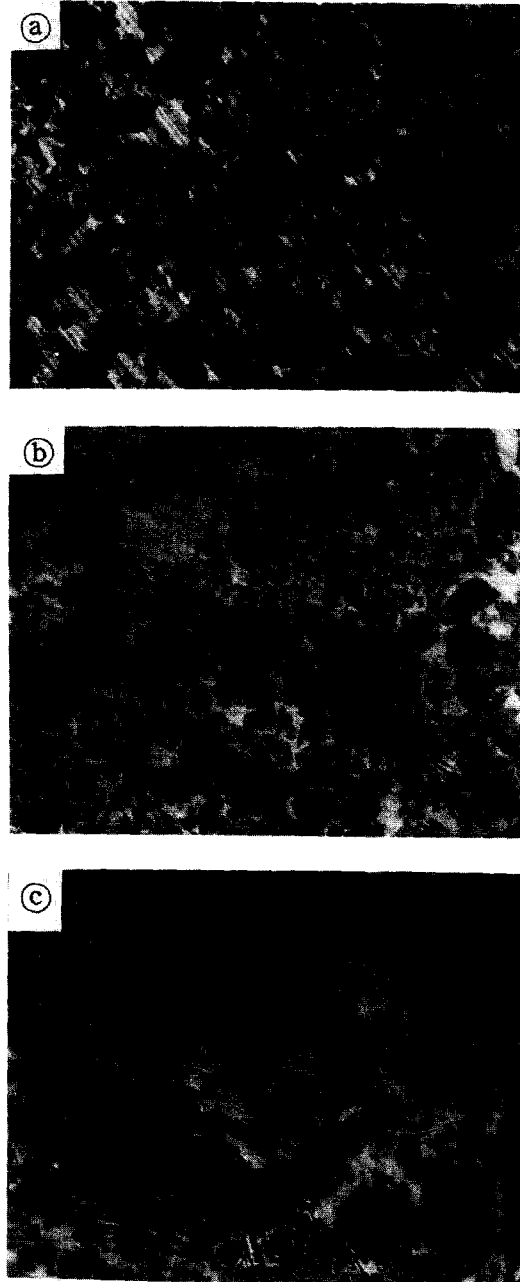


Fig. 6. Optical micrographs of wear surface according to sliding speed of (a) 150 mm/sec, (b) 350 mm/sec, (c) 550 mm/sec, respectively ( $\times 400$  magnification).

을 알 수 있었다<sup>9,10</sup>. Fig. 7은 고속영역에서 마모시험한 plate 시편의 마모면을 광학현미경으로 관찰한 것으로서 SiC grain들간의 凹, 凸 형태와 미소파괴 영역들이 보다

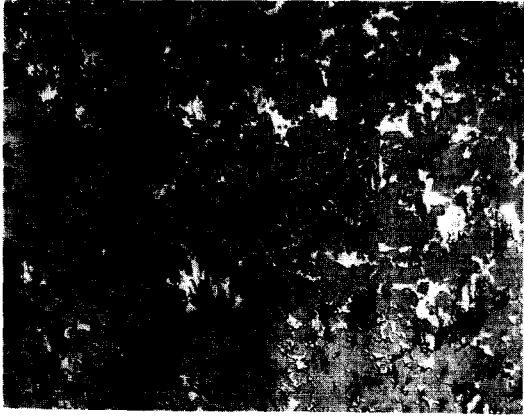


Fig. 7. Optical micrographs of wear surface reaction-bonded silicon carbide plate after a wear test; loading weight 3 kg, sliding speed 550 mm/sec in water ( $\times 400$  magnification).

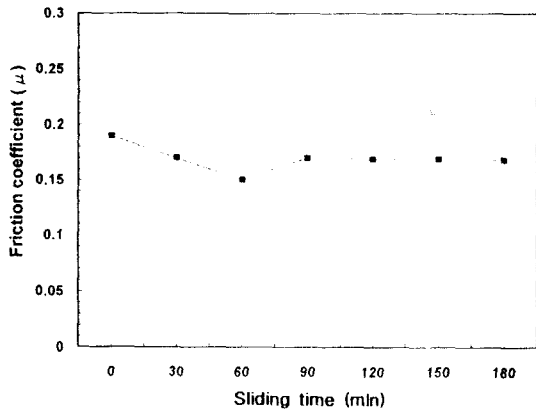


Fig. 8. Variation of friction coefficient with sliding time.

선명하게 나타나 있음을 알 수 있다.

### 3.3. 접동시간에 따른 마찰계수 및 미세구조 변화

Fig. 8은 반응소결 SiC plate 시편과 상압소결 SiC ball을 상대접동재료로 ball-on-plate 형 마모시험기에서 가압하중 3 kg, 접동속도 400 mm/sec의 조건에서 마모 시험시 접동시간의 변화에 따른 마찰계수의 변화를 나타낸 것이다. 전반적으로 마찰저항의 변동폭이 크지 않으며 마찰계수는 90분 경과후에 안정한 상태(steady-state)에 도달함을 알 수 있다. Fig. 9(a)는 마모시작 30분 경과후의 마모면을 관찰한 것으로써 마모초기의 불안정하고 높은 마찰계수값을 나타낸 결과에서 알 수 있듯이

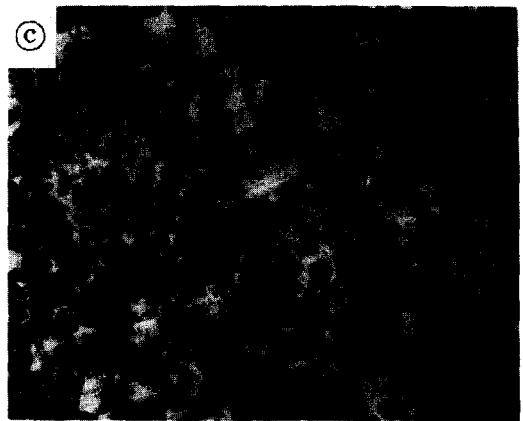
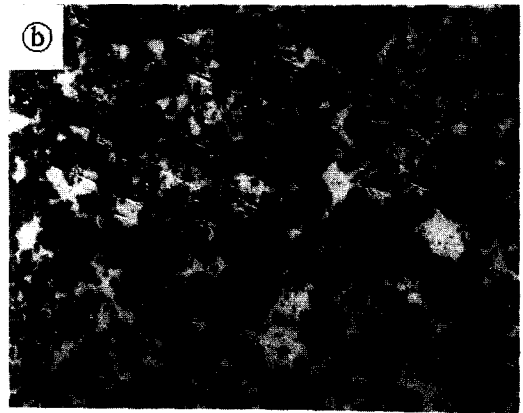
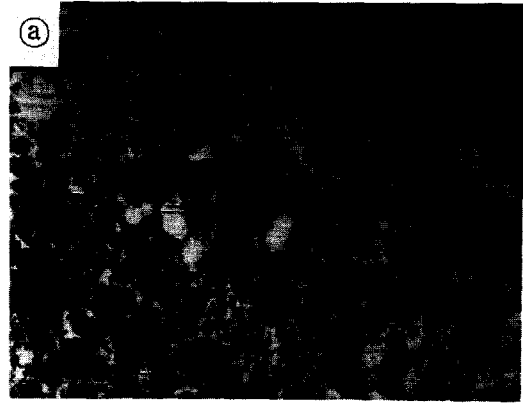


Fig. 9. Optical micrographs of wear surface according to sliding time of (a) 30 min, (b) 90 min, (c) 150 min, respectively ( $\times 400$  magnification).

유체저장 역할의 입자 이탈부위 형성이 미흡함을 나타내고 있다. (b)에서는 90분 경과 후의 마모면을 나타낸 것으로써 입자의 이탈부위가 더욱 진전되었음을 나타내

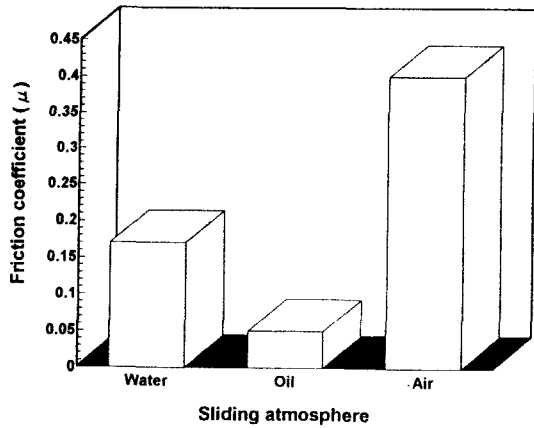


Fig. 10. Variation of friction coefficient with sliding atmospheres.

고 있었으며, (c)에서는 마모시험 종료후의 마모면을 관찰한 것으로써 (b)에서의 현상과 비슷한 정도의 마모 형태를 나타내고 있다. 이러한 마모면의 관찰결과는 Fig. 8의 마찰계수 변화 내용과 잘 부합된다고 생각된다.

#### 3.4. 접동분위기에 따른 마찰계수 및 미세구조 변화

유체윤활 분위기에서는 공기중의 건조한 분위기에서 보다 마찰계수는 50~60% 정도 감소한다고 보고된 바 있다<sup>13)</sup>. 이러한 감소의 원인은 물체 표면에 형성되는 유막과 유체의 냉각 기능등에서 찾아볼 수 있다. Fig. 10은 가압하중 3 kgf, 접동속도 400 mm/sec, 접동거리 2.1 km의 일정한 조건에서 물, 윤활유, 공기중의 접동 분위기에서 마모 시험한 결과의 마찰계수를 나타낸 것으로서 마찰계수는 공기중의 분위기에서 측정시 0.4 정도로 가장 높았으며, 물속의 분위기에서는 0.17, 윤활유 분위기속에서는 0.05로 가장 낮음을 알 수 있다. Fig. 11(a)는 공기중에서 마모 시험 후 마모면을 관찰한 것으로서 가장 높은 마찰계수를 나타내는 바와 같이 매우 거친 마모 형상을 보이고 있으며, abrasion 현상에 의한 부분적인 미소파괴가 일어나고 있음을 알 수 있다. (b)는 윤활유속에서의 마모시험 후 마모면을 나타낸 것으로서 매우 부드러운 마모 형상을 나타내고 있다. 또한 윤활유속에서 측정된 마찰계수가 물속에서보다 매우 낮은 이유는 물과 비교하여 높은 점성을 갖는데 기인한 것으로서 유체의 점도 상태에 따라 윤활 효과에 차이가 있음을 알 수 있다.

#### 4. 결 론

반응소결 탄화규소 소결체를 ball-on-plate형 마모 시

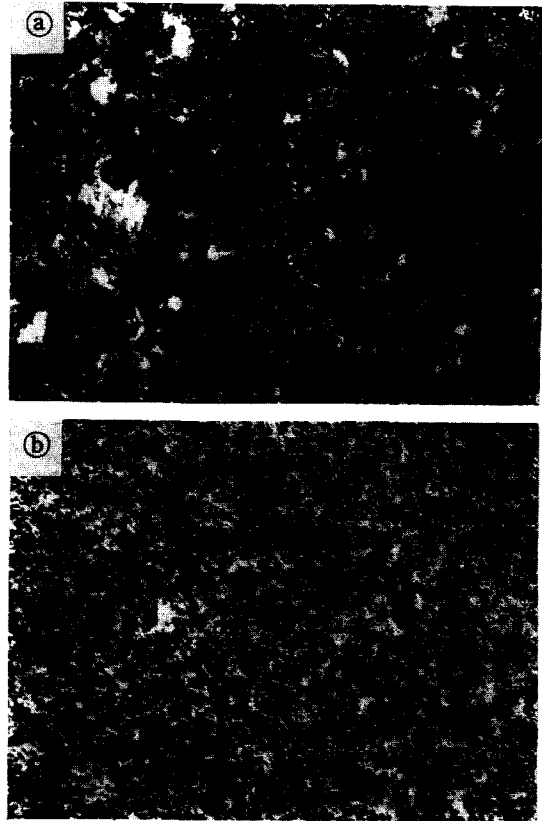


Fig. 11. Optical micrographs of wear surface according to sliding atmosphere of (a) air, (b) oil, respectively ( $\times 400$  magnification).

험기를 이용하여 접동 조건에 따른 마찰 특성을 시험한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 반응소결 탄화규소 소결체의 밀도값은  $3.06 \text{ g/cm}^3$ , 로크웰 경도값 96.0, 3점 곡강도값 371 Mpa로써 우수한 기계적 특성값을 나타내었다.
2. 하중과 접동 속도가 증가할수록 마찰계수는 0.11 및 0.08까지 감소되었다.
3. 접동 분위기에 따른 마모 시험을 행한 결과 윤활유 조건일 때 마찰계수 0.05로써 가장 우수한 마찰 특성을 나타내었다.
4. 반응소결 탄화규소의 마모면 분석 결과, 입자의 이탈부위와 우선 마모되어지는 free silicon 영역들이 마찰 저항을 감소시키는 액체 저장소(liquid reservoir)로서의 역할을 하고 있음을 알 수 있다.

#### 감사의 글

본 연구는 1994년 한국학술진흥재단 신진연구인력 연

구장려금에 의해 이루어진 것으로 이에 감사드립니다.

### REFERENCES

1. 花孝, "セラミックスの機械的性質," 窯業協會偏, 85-96 (1979).
2. MIKIO Iwasa, "Friction and Wear of Fine Ceramics and its Testing Methods," Government Industrial Research Institute, Osaka (1988).
3. D.R. Johnson, A.C. Schaffhauser, V.J. Tennery and E. L. Long, "Ceramic Technology for Advanced Heat Engines Project," *Ceram. Bull.*, **64**(2), 276-81 (1985).
4. 임대순, "요업재료의 마모특성," 요업재료의 과학과 기술, **4**(1,2), (1989).
5. R. Benzing *et al.*, "Friction and Wear Devices," American Society of lubrication Engineers, (1976).
6. 西田俊彦, 宋田榮一, "セラミックスの力學的的特性評價," 日刊工業新聞社, 133-167 (1986).
7. E. Rabinowicz, "Friction and Wear of Materials," John Wiley & Sons. Inc., New York (1965), P. 109.
8. Morgan, V.T., "Porous Metal Bearings and their Applications," in Bearings: Searching for a longer Life, Mech. Eng. Publications, Suffolk, England (1985), PP. 1-8.
9. Evans, D.C., "Self-Lubricating Bearings," *Industrial Lubricating and Tribology*, **33**(4), 132-138 (1981).
10. "Sintered Silicon Carbides with Controlled Porosity for Mechanical Face Seal Applications," The Carborundum Company Niagara Falls, NY.
11. S.A. Horton, D. Dowson, F.L. Rilly and N.C. Wallbridge, "Wear Behavior of Sintered  $\beta$ -Sialon Ceramic under Sliding Conditions," *Revue de Chimie Minerale*, **22**, 564 (1985).
12. K. Miyoshi, "Anisotropic Tribological Properties of SiC," Pro. Int. Conf. Wear of Mat. ASME, San Francisco, (1981).
13. J.F. Archard, *J. Appl. Phys.*, **24**, 1981 (1953).