

# 미끄럼시험시 TiN 코팅볼과 스틸디스크에 형성되는 산화막의 특성과 마찰특성에 미치는 영향

조정우, 박동신, 임정순, 이영제\*  
성균관대학교 기계공학부 대학원, 성균관대학교 기계공학부\*

**Abstract**-The effects of oxide layer formed on TiN coated ball and counter-body have been investigated from the frictional point of view during sliding tests. AISI52100 steel ball was used for the substrate of coated specimens. Two types of coated specimens were prepared by depositing TiN coating with 1 and 4 $\mu$ m in coating thickness. AISI1045 steel was used for the disk type counter-body. To investigate the effect of oxide layer on the contact parts of two materials, the tests were performed both in ambient for forming oxide layer on the contact parts and in nitrogen environment to avoid oxidation.

**Key words**-TiN coating; Iron oxide layer; Sliding wear; Wear mechanism; Real contact area.

## 1. 서론

범용의 세라믹코팅 즉, TiN(Titanium Nitride), DLC(Diamond-Like Carbon) 등과 상대재와의 미끄럼운동시 형성되는 산화막(Oxide layer)은 두 재료의 접촉부에 새로운 재료의 접촉을 유도하여 윤활공학적 특성에 많은 영향을 미친다[1]. 이러한 세라믹코팅 및 상대재에 형성되는 산화막의 영향에 대한 연구[2-5]에서는 세라믹코팅이 된 기계요소의 코팅재료와 모재(Substrate) 상대재에 의한 마모로부터 보호할 수 있다는 마모관점에서 이로운 것이라 평가하였다. TiN 코팅의 경우 미끄럼시험 하중과 속도 및 온도에 대하여 마모메커니즘은 매우 다양하게 나타난다[2-3]는 연구결과가 있다. 그러나 기본적인 마모메커니즘은 접촉부의 산화막 형성에 의한 것이라 하였다. DLC의 경우 코팅된 디스크시편과 상대재인 볼시편의 마모시 볼시편에 산화막이 형성되어 마모로부터 재료를 보호한다[5]고 보고 하였다. 지금까지 대부분의 관련 연구는 세라믹코팅의 상대운동시 접촉부에 형성되는 전이층 및 산화막의 영향을 세라믹코팅과 모재를 마모로부터 보호한다는 관점에서 보고 있지만, 이러한 산화막 형성이 두 재료 사이에 고마찰을 유도한다는 사실은 마찰관점에서의 연구의 중요성을 느끼게 한다.

따라서 본 연구에서는 TiN으로 코팅된 볼시편과 스틸디스크의 미끄럼마모시험시 나타나는 마찰특성의 원인이 접촉부의 산화막 형성에 의한 것이다 라는 것을 증명하였다. 그리고 이러한 산화

막 형성이 마찰특성에 미치는 영향을 검증하고, 산화막 형성의 특성에 대하여 연구하였다.

## 2. 실험장치 및 실험조건

### 2-1. 미끄럼시험장치

본 연구는 범용의 ball-on-disk형 미끄럼시험기를 사용하였으며, 개략도는 Fig.1과 같다. 접촉하중은 분동(deadweight)을 올려 볼시편과 디스크시편에 직접 가하여 결정하였다. 마찰력은 로드셀을 사용하여 측정하였는데, 측정된 마찰력신호는 인디케이터를 통하여 아날로그/디지털 컨버터로 변환 후 컴퓨터로 5Hz로 샘플링하여 저장하였다. 저장된 마찰력신호는 신호처리프로그램에 의해 마찰계수로 변환하였다.

### 2-2. 시편 및 실험 조건

본 연구에서 사용한 세라믹 코팅시편은 지름이 10mm인 AISI52100강 볼시편을 아크이온플레이팅법(Arc Ion Plating Method)에 의해 박막두께 1, 4 $\mu$ m로 TiN 코팅을 증착하였다. 상대재는 AISI1045강을 지름 60mm, 두께 7mm인 디스크형태로 가공하여 표면경도를 HV<sub>10</sub>300으로 가공하였다. 이러한 디스크시편을 표면조도가 각각 Ra 0.06, 0.1, 0.2 $\mu$ m인 세 가지 시편을 만들었는데, 이는 상대재의 표면조도에 따른 산화막이 형성되는 특성을 알아보기 위한 것이다. 미끄럼시험시 속도는 30rpm(0.04m/s)로 고정하고, 접촉하중은 최소하중을 0.3N으로 결정하고 0.1N씩 증가시켜 실험하였

다. 이는 예비실험을 통하여 산화막은 고속도와 고하중에서 매우 급격히 형성된다는 결과를 얻었기 때문이다. 따라서 두 시편의 접촉부에 점진적으로 산화막이 형성되는 저속도와 저하중에서 실험하여 산화막의 형성 특성을 알아보기 위하여 위와 같이 실험조건을 결정하였다. 그리고 산화막이 마찰특성에 미치는 영향을 알아보기 위하여 공기와 질소분위기에서 각각 실험하였다. 모든 시편은 실험 전 아세톤으로 초음파세척을 하여 사용하였다.

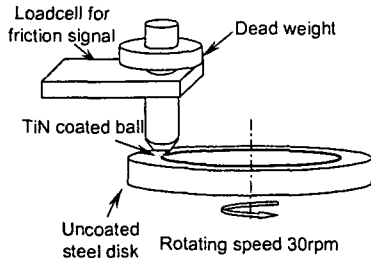


Fig.1 Schematic diagram of sliding tester.

### 3. 시험결과 및 고찰

#### 3-1. 공기중에서 미끄럼시험시 TiN 코팅볼의 마찰특성

Fig.2은 세라믹코팅이 되지 않은 볼시편과 스틸디스크의 미끄럼마모시험 결과이다. 저마찰구간(Low COF region)이 존재하지 않고 짧은 마찰계수 천이구간(COF transition region)을 보임과 동시에 고마찰구간(High COF region)이 나타나는 것을 볼 수 있다. Fig.3는 TiN이 코팅된 볼시편과 스틸디스크의 미끄럼마모시험시 나타나는 전형적인 마찰신호이다. 이러한 신호는 세 부분 즉, 일반적인 세라믹 코팅의 마찰 특성이라 할 수 있는 저마찰구간, 마찰계수 천이구간 그리고 세라믹 코팅의 역할인 저마찰 특성이 없어진 고마찰구간으로 구분할 수 있다. 이러한 마찰신호에서 우리는 큰 과오를 범하게 되는데, 그것은 고마찰구간이 세라믹코팅의 파손에 의해 나타난다는 생각이다. 이것은 대단히 잘못된 생각이며, 이러한 마찰특성이 나타나게 되는 이유와 그것의 특성에 대하여 알아보겠다.

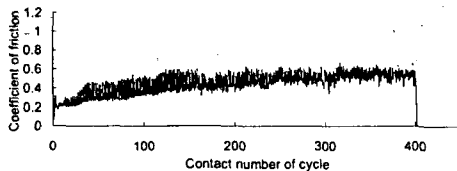


Fig.2 COF signal from the sliding test with uncoated ball

specimen and steel disk specimen with Ra 0.2 $\mu$ m under 0.3N of contact load in ambient condition.

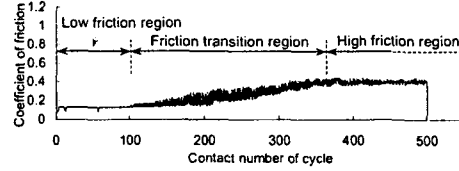


Fig.3 COF signal from the sliding test with TiN coated ball with 4 $\mu$ m coating thickness and steel disk specimen with Ra 0.2 $\mu$ m under 0.3N of contact load in ambient condition.

#### 3-2. 두 재료의 접촉부의 산화막 형성이 마찰 특성에 미치는 영향

Fig.4는 상대재의 표면조도가 0.06 $\mu$ m인 디스크시편에 박막 두께가 1 $\mu$ m인 TiN 코팅볼을 공기중에서 그리고 질소분위기에서 접촉하중 0.5N으로 미끄럼마모시험을 수행한 결과이다. 질소분위기에서의 실험 결과는 공기중에서와 달리 세라믹 코팅의 저마찰구간이 실험중 지속되는 것을 볼 수 있다. 이는 공기중에서의 미끄럼마모시험시 나타나는 고마찰구간은 접촉면이 산화되어 나타나는 것이라 말할 수 있다.

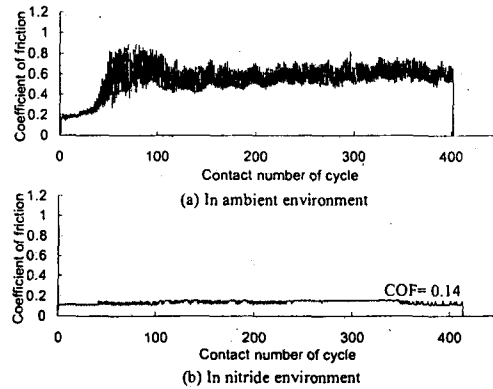


Fig.4 COF signals from the sliding test with TiN coated ball with 1 $\mu$ m coating thickness and disk specimen with Ra 0.06 $\mu$ m in ambient and nitrogen environment under 0.5N of contact load.

Fig.5는 Fig.4에서의 실험 후 디스크시편의 마모트랙을 SEM을 통하여 관찰하고, 마모트랙을 EDS분석의 Line Profiling을 수행한 것이다. 두 분석에서 모두 스틸디스크의 주요 원소인 Fe가 detecting line AB선을 따라 분포하는 것을 볼 수 있으며, TiN 코팅볼의 Ti원소는 노이즈 수준에서 검출되고 있는데, 이는 TiN 코팅볼에서 디스크시편으로 재료의 전이가 발생하지 않는다는 것을 볼 수 있다. 그리고 Fig.5 (a)에서 O원소를 보면 공기

중에서 마모시험을 한 마모 트랙에서 O원소가 다량 검출되는 것을 볼 수 있다. 그리고 산소 피크에서의 Fe원소의 line profiling을 보면 주변 보다 낮아지는 것을 볼 수 있는데, 이는 O원소와 결합한 Fe원소에 의한 것이다.

따라서 공기중에서 미끄럼마모시험시 마찰 특성을 지배하는 것은 Fe계열의 산화막이라는 것과 이러한 산화막은 마찰 특성에 좋지 않다는 즉, TiN 코팅볼과 디스크시편의 상대운동에서 고마찰 유도한다는 것을 알 수 있다.

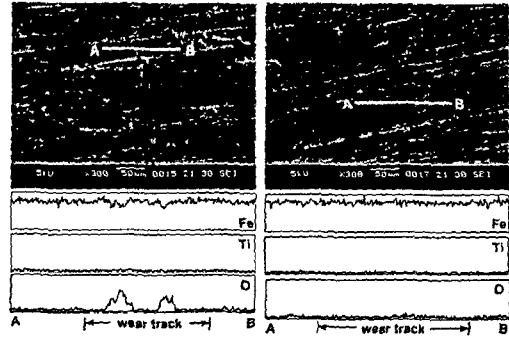


Fig.5 The SEM photograph and EDS line profile of the wear track used in the test of Fig.4.

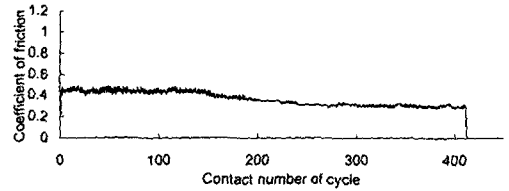


Fig.6 COF signal from the sliding test with new contact part of the TiN coated ball with 1µm coating thickness and the wear track existed oxide layer of disk with Ra 0.2µm under 0.5N of contact load in nitrogen environment.

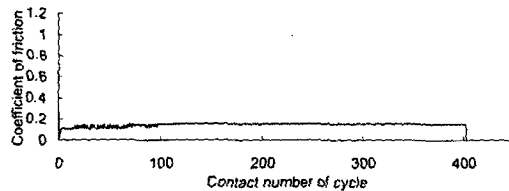


Fig.7 COF signal from the sliding test with contact part existed oxide layer of the TiN coated ball with 1µm coating thickness and the new contact part of disk with Ra 0.2µm under 0.5N of contact load in nitrogen environment.

### 3-3. 두 재료의 미끄럼시험시 나타나는 마찰 특성의 원인

이전의 TiN 코팅볼과 스틸디스크의 미끄럼마모시험시 나타나는 마찰 특성이 단지 상대재 및

코팅볼에 산화막이 형성에 의한 것인지 관찰하기 위해 다음과 같은 실험을 수행하였다.

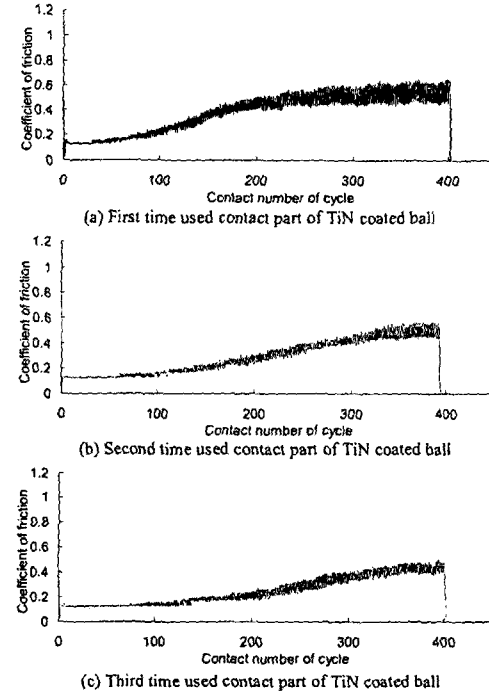


Fig.8 COF signals from the sliding test conducted three times under 0.5N of contact load in ambient with same contact part of the TiN coated ball with 1µm coating thickness and new contact parts of steel disk specimen with Ra 0.2µm.

Fig.6은 공기중에서 1µm의 박막 두께를 갖는 TiN 코팅볼을 사용하여 표면조도 Ra 0.2µm를 갖는 디스크시편과 접촉하중 0.5N에서 미끄럼마모시험을 수행한 마모트랙에 같은 박막 두께를 갖는 TiN 코팅볼의 새로운 접촉면으로 질소분위기에서 미끄럼마모시험을 수행한 결과이다. 즉, Fe계열의 산화막이 존재하는 스틸디스크의 마모트랙에 새로운 TiN 코팅면을 사용하여 시험한 것이다. 실험의 시작과 동시에 고마찰구간이 나타나는 것을 볼 수 있으며, 이전의 TiN 코팅볼과 스틸디스크의 새로운 접촉면 사이의 실험에서 보이는 초기 저마찰구간은 존재하지 않는다.

Fig.7은 공기중에서 표면조도 Ra 0.2µm의 디스크시편과 박막 두께가 1µm인 TiN 코팅볼을 접촉하중 0.5N에서 미끄럼마모시험을 수행한 후, 그때의 TiN 코팅볼의 접촉면을 스틸디스크의 새로운 접촉면에 질소분위기에서 미끄럼마모시험을 수행한 결과이다. 즉, 산화막이 접촉면에 존재하는 TiN 코팅볼과 산화막이 존재하지 않는 스틸디스크를 산화가 일어나지 않는 질소분위기에서 미끄럼마모시험을 수행한 것이다. TiN 코팅볼의 특성

인 저마찰구간이 실험 중 지속되는 것을 볼 수 있다.

이상의 실험에서 TiN 코팅볼과 스틸디스크와의 미끄럼마모시험시 TiN 코팅볼에 생성되는 산화막은 마찰계수의 천이 및 고마찰을 유도하지 않는 것을 알 수 있다. 그리고, 스틸디스크에 형성되는 산화막이 TiN 코팅볼과 스틸디스크의 상대운동시 마찰특성을 지배한다는 것을 알 수 있다.

### 3-4. TiN 코팅볼의 접촉부에 형성된 산화막의 영향

그러면 공기중에서 미끄럼마모시험시 TiN 코팅볼에 형성되는 산화막의 특성을 알아보기 위하여 다음과 같은 실험을 수행하였다.

Fig.8은 박막 두께가 1 $\mu$ m인 TiN 코팅볼과 표면조도가 Ra 0.2 $\mu$ m인 디스크시편을 접촉하중 0.5N에서 미끄럼마모시험을 수행한 결과이다. Fig.8 (b)는 Fig.8 (a)에서 사용한 TiN 코팅볼의 미끄럼 접촉부를 다시 사용하고, 상대재인 스틸디스크 시편의 새로운 트랙에 미끄럼마모시험을 수행한 결과이다. Fig.8 (c)는 Fig.8 (b)에서 사용한 코팅볼의 미끄럼 접촉부를 다시 사용하고 상대재의 새로운 트랙에 미끄럼마모시험을 수행한 결과이다. 즉, TiN 코팅볼은 같은 미끄럼 접촉부를 사용하고 상대재는 새로운 트랙에 각각 실험한 것이다.

Fig.8의 (a), (b), (c)에서 나타난 바와 같이 천이 구간 및 고마찰구간은 TiN 박막이 파손되어 나타나는 신호가 아닌 것을 확인할 수 있다. 만약 Fig.8 (a)에서 나타난 고마찰구간이 박막의 파손에 의해 나타난 신호라면, Fig.8 (b)와 (c)에서 TiN 코팅볼의 저마찰구간이 존재하지 않았을 것이다.

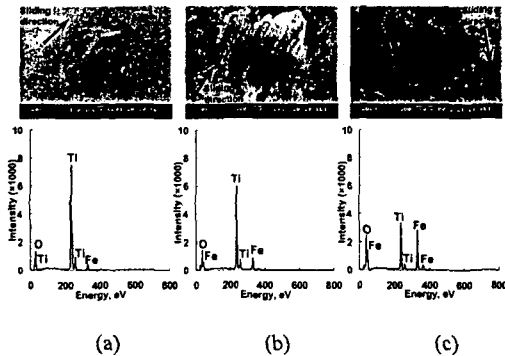


Fig.9 The SEM photographs and EDS analysis results of the sliding contact part of TiN coated balls used in the test of Fig.8; (a) First time used contact part (b) Second time used contact part (c) Third time used contact part.

Fig.8에서 특이한 것을 볼 수 있는데, TiN 코팅볼을 처음 사용하여 실험한 결과인 Fig.8 (a)에서 보다 (b), (c)에서 각각 저마찰 구간이 접촉회전수 34, 64, 82로 길어진다는 것이다. 이상의 세 번의

실험 후 Fig.9와 같이 TiN 코팅볼의 접촉면을 SEM으로 관찰하고 EDS 분석을 수행하였다.

Fig.9의 (a)에서 (c)로 갈수록 TiN 코팅볼의 접촉면에 산화물이 늘어나는 것을 볼 수 있다. 따라서 TiN 코팅볼에 형성되는 Fe계열의 산화물은 TiN 코팅볼과 스틸디스크의 미끄럼마모시험시 마찰특성에 큰 영향을 미치는 스틸디스크 마모트랙의 산화막의 형성을 더디게 하여 TiN 코팅볼의 특성인 저마찰구간을 연장시킬 수 있다고 할 수 있다. 즉 TiN 코팅볼의 접촉부에 형성되는 산화물의 양이 많을수록 저마찰구간이 더 연장된다.

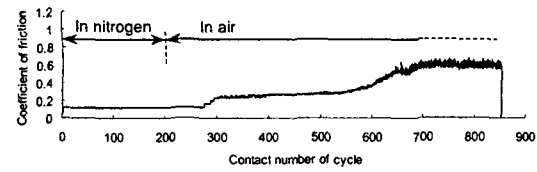


Fig.10 COF signal from the sliding test conducted in nitrogen environment up to 200 contact numbers of cycles and then in ambient with 4 $\mu$ m thick TiN coating ball and Ra 0.2 $\mu$ m rough steel disk under 0.6N of contact load.

### 3-5. 디스크시편의 마모트랙에 형성된 산화막의 영향

Fig.10은 질소분위기에서 미끄럼마모시험을 수행하는 중간에 질소의 공급을 중단하여 공기분위기를 만들어 실험하였을 때의 결과이다. 이 실험에 사용한 TiN 코팅볼은 박막두께 4 $\mu$ m, 상대재인 스틸디스크의 표면조도는 0.2 $\mu$ m인 시편을 사용하였다. 접촉하중은 0.6N으로 실험하였다. 접촉회전수 200까지 질소 분위기에서의 실험이고, 접촉회전수 200부터는 질소의 공급을 중단하고 공기중에서 실험한 것이다. 접촉회전수 280이후에 상대재에 산화막이 형성되어 저마찰구간이 없어지고 마찰계수의 천이 및 고마찰구간이 나타나는 것을 볼 수 있다.

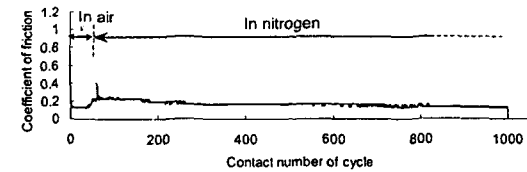


Fig.11 COF signal from the sliding test conducted in ambient environment up to 50 contact numbers of cycles and then in nitrogen with 4 $\mu$ m thick TiN coating ball and Ra 0.2 $\mu$ m rough steel disk under 0.6N of contact load.

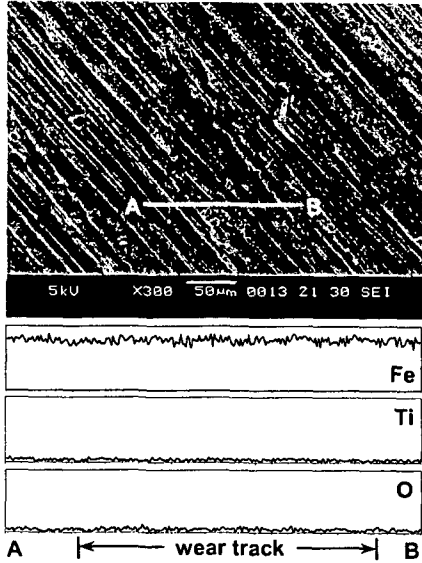


Fig.12 The SEM photograph and EDS line profile of the wear track used in the test of Fig.11.

Fig.11는 Fig.10과 반대로 공기중에서 실험한 후 질소를 공급하여 미끄럼시험을 수행하였을 때의 마찰신호이다. 이 실험에 사용한 시편과 실험 조건은 Fig.10에서의 실험과 동일하다. 접촉회전수 50까지 공기 중에서의 미끄럼시험 후 접촉회전수 50부터 질소를 공급하여 실험한 것이다. 질소를 공급한 후 마찰계수는 급격히 증가하지 않고, 점차적으로 낮아져 접촉회전수 800이후에는 산화막이 형성되지 않았을 때의 저마찰구간이 나타나는 것을 볼 수 있다.

Fig.12는 Fig.11에서의 실험 후 스틸디스크의 마모트랙을 SEM으로 관찰하고, EDS분석을 수행한 것이다. 이는 상대재에 산화막이 형성되어 있더라도 산화막이 더 이상 형성되지 않는 환경을 만들어 주면 형성되어 있던 산화막도 TiN 코팅볼에 의한 마모에 의해 제거될 수 있다는 것을 보여주고 있다. 이것은 마모에 의해 두 재료간에 저마찰이 유도된다는 즉, 마모에 의해 마찰특성이 좋아진다는 종전의 개념과 다른 새로운 관점이라 할 수 있다.

#### 4. 결론

TiN 코팅볼과 상대재인 스틸디스크의 미끄럼 마모시험을 통하여 산화막 형성의 영향 및 특성에 대하여 알아 보았다.

1. 두 재료 사이의 마찰특성은 상대재인 스틸디스크의 마모트랙에 형성되는 Fe계열의 산화막에 의해 마찰특성이 지배되는데, 이는 고마찰을 유도한다.
2. TiN 코팅볼에 형성되는 산화막은 두 재료의 마모시 마찰특성에 영향을 미치지 않는다.
3. TiN 코팅볼에 형성되는 산화막은 상대재의 산화막 형성을 더디게 한다. 따라서 코팅볼에 형성된 산화물의 양이 증가하면 마모과정의 초기의 저마찰 구간이 늘어난다.
4. 상대재에 형성된 산화막은 산화되지 않는 환경에서 마모에 의해 제거되며, 그것에 의해 저마찰 구간이 지속된다.

#### 참고문헌

- [1] K.Holmberg, H.Ronkainen and A.Matthews, "Tribology of thin coatings", *Ceramics International* 26 (2000) 787-795.
- [2] S.Wilson and A.T.Alpas, "Effect of temperature and sliding velocity on TiN coating wear", *Surface & Coatings Technology* 94-95 (1997) 53-59.
- [3] S.Wilson and A.T.Alpas, "Tribo-layer formation during sliding wear of TiN coatings", *WEAR* 245 (2000) 223-229.
- [4] Z.P.Huang, Y.Sun and T.Bell, "Friction behaviour of TiN, CrN and (TiAl)N coatings", *WEAR* 173 (1994) 13-20.
- [5] A.Erdemir, C.Bindal, J.Pagan and P.Wilbur, "Characterization of transfer layers on steel surfaces sliding against diamond-like hydrocarbon films in dry nitrogen", *Surface & Coatings Technology* 76-77 (1995) 559-56