

다이아몬드 코팅막 / 초경합금 계면층 특성분석

김근홍, 천창환

국방과학연구소 4개발본부

본연구에서는 성능이 우수한 상용 다이아몬드 증착 초경합금을 구입하여 양질의 단면시편을 제작한뒤 투과전자현미경을 이용하여 합금표면 전처리 상태, 다이아몬드핵 생성 및 성장거동, 다이아몬드와 WC 사이 계면층 존재여부 및 방향관계, 다이아몬드층 내부 결함분포 상태 등을 정밀분석하였다.

그림 1은 다이아몬드막 표면 및 계면에 대한 주사전자현미경 사진이다. 표면은 직경 2-5 μm 크기의 결정들로 이루어져 있으나 노출된 결정면들이 선명하지 못하고 매우 불규칙한 점이 주목된다. 그림 2는 WC 결정들 위에 일정한 간격을 유지하면서 다이아몬드 주결정들이 생성 및 성장한 모습을 보여주고 있는 투과전자현미경 사진이다. 약 2 μm 간격으로 주결정들이 생성 및 성장하였는데 각 주결정 내부에는 방향성이 유사한 직경 10-50 nm 크기의 미세결정들이 주상조직 형태로 성장하고 있음을 알 수 있다. 가끔씩 주결정과 주결정이 서로 만나는 경계부위에서 50-100 nm 크기의 공동들이 관찰되었으나 다이아몬드막이 성장하면서 소멸되었다. 그림 3은 WC 결정 위에 비교적 조대한 크기로 [001] 방향성을 갖고 성장한 다이아몬드 미세결정 내부모습이다. WC 결정립계에서 부터 (111) 면상에 높은밀도의 쌍정결합들이 생성되어 있는데 이로써 다이아몬드막과 WC 사이 계면응력이 쌍정결합을 통해 효과적으로 흡수되고 있음을 알 수 있다. 그림 4는 국부적으로 WC 와 다이아몬드 사이에 10-40 nm 두께의 흑연층이 존재하고 있음을 보여주고 있는 미소회절패턴 및 암시야상이다. 특히 미소회절패턴에는 흑연회절 패턴 이외에 인접부위 다이아몬드에서 얻어진 [01-1]대칭축 회절패턴이 함께 나타나 있는데 다이아몬드 (200)면간거리가 이론치보다 약 8% 증가한 점이 주목되며 이러한 현상은 다음에 소개되는 고분해능상 분석결과와도 일치한다. 그림 5에 WC 와 흑연과의 계면에대한 고분해능상이 나타나있다. 그림 6은 WC 결정위에 다이아몬드 결정이 직접성장한 경우에 대한 고분해능 사진 및 WC 결정에 대한 미소전자회절 패턴이다. WC 의 (01 -1) 면($d=1.884\text{\AA}$)과 다이아몬드의(200) 면($d=1.78\text{\AA}$:이론치, 1.92\AA :실측치)이 서로 정합을 이룬상태로 다이아몬드가 성장하였음을 알 수 있다.

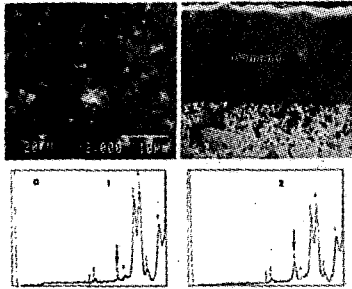


Fig. 1. SEM micrograph of (a) surface and (b) cross section of diamond coating layer, and (c) EDS spectrum from areas marked in (b).

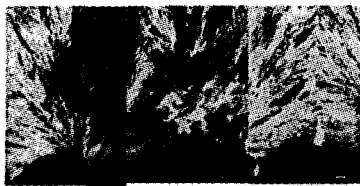


Fig. 2. TEM micrograph showing (a) nucleation and growth of diamond grain crystals on WC grains and (b) subgrains with columnar structures forming a main crystal.

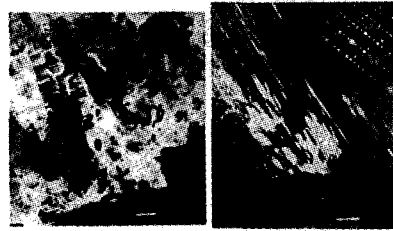


Fig. 3. Dark field image with micro-diffraction pattern of twins in a diamond subgrain on WC.

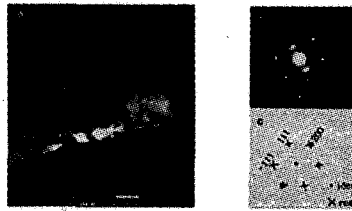


Fig. 4. (a) Dark field image and (b) micro-diffraction pattern of thin graphite layers between WC and diamond, and (c) comparison of diamond [01-1] axis pattern in (b) with libral pattern.

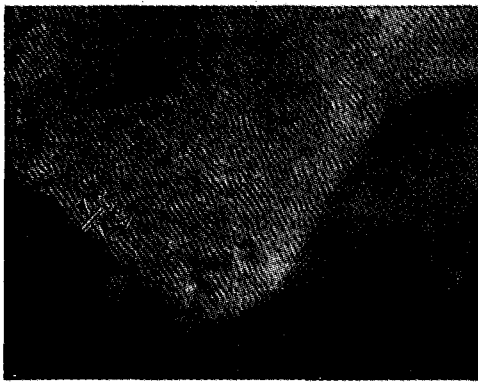


Fig. 5. High resolution electron micrograph of graphite and WC interface.

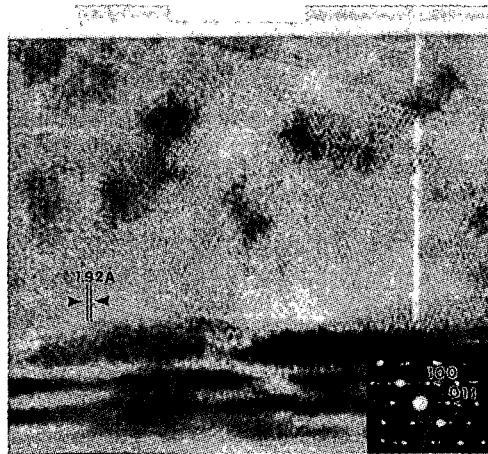


Fig. 6. High resolution electron micrograph of diamond and WC interface, inserted micro-diffraction pattern of WC grain.