

CVD 다이아몬드 코팅의 고체입자 Erosion 특성

Solid Particle Erosion of CVD Diamond

김종훈, 임대순

고려대학교 재료공학과

Abstract

Microwave Plasma assisted CVD (Chemical Vapor Deposition) and DC Plasma CVD were used to prepare thin and thick diamond film, respectively. Diamond coated silicon nitride and free standing diamond thick film were eroded by silicon carbide particles. The velocity of the solid particle was about 220m/sec. Phase transformation and the other crack formation were investigated by using Raman spectroscopy and microscopy.

Key words : Erosion, CVD diamond, Solid Particle, Phase Transformation, Raman Spectroscopy

1. 서론

미세한 고체입자가 재료 표면에 충돌할 때, 상대재는 짧은 시간 동안 국부적으로 인가되는 높은 압력하에 놓이게 되는데. 이런 조건이 재료의 마모와 손상을 유발하는 erosion의 원인으로 작용한다. 생산기술의 고도화에 따라 고속으로 작동 또는 이동하는 작업조건이 요구되면서, 설계와 제작에 있어서 erosion에 대한 고려가 필수적인 분야가 점차 확대되고 있는 추세이다. 내침식성 내마모용 부품으로는 세라믹 부품들이 많이 사용되고 있으나, 고속으로 충돌하는 입자

에 대한 내식성이 우수하지 못하여 기존의 내마모용 부품에 대한 보호코팅에 대한 필요성이 증가되고 있다. 보호용 박막으로서 가장 경도가 크고 내마모성이 큰 재료로 인식되고 있는 것이 다이아몬드이다[1,2]. 다이아몬드는 대단히 우수한 물리적, 화학적, 광학적 특성을 가지고 있음에도 불구하고 열역학적으로 흑연에 비해 불안정하여 합성에 많은 어려움이 있었고 이러한 어려움을 극복하기 위하여 많은 노력이 기울여져 왔다. 기상으로부터의 다이아몬드의 합성은 다이아몬드 합성의 어려움을 근본적으로 해결할 수 있는 가능성을 제시하여 주었고 다이

아몬드를 이용한 신제품의 개발에 많은 도움을 주었다. 화학적 기상 증착법에 의하여 합성되는 다이아몬드 박막은 코팅 되는 기판의 형상에 대한 제한이 적기에 많은 연구자들에 의해 응용분야를 넓히고 있다. 또한 합성기술의 발달에 따라 증착속도가 증가하여 fre-standing 후막의 응용도 가능해 졌다.

위에서 설명한 바와 같이 다이아몬드의 합성과 응용에 대한 연구분야 중에서 다이아몬드의 내마모성에 대한 연구는 기존 내마모 연구와 맥락을 같이하여 활발히 진행되어 왔으나, 고속으로 충돌하는 고체입자에 의한 다이아몬드의 erosion 특성에 대한 연구는 극히 제한된 소수의 그룹에 의해서만 이루어져 왔다 [3]. 특히 다이아몬드의 erosion 기구와 특성에 대한 연구는 매우 부족한 상태이다. 본 연구에서는 화학적 기상증착법으로 합성된 다이아몬드 박막과 후막에 고체입자를 충돌시켜 다이아몬드 표면에 일어나는 erosion 의 양상과 그 마모기구를 살펴보고, 그 응용 가능성에 대하여 논하였다.

2. 실험방법

2-1. 다이아몬드의 합성

다이아몬드의 합성은 Microwave

plasma assisted CVD (Chemical Vapor Deposition) 장치 와 DC plasma CVD 장치를 사용하여 이루어졌다. 다이아몬드 박막 코팅에는 주로 microwave plasma CVD 장치가 사용되었고, 후막합성에는 DC plasma CVD 장치가 사용되었다. (100) Si wafer 와 silicon nitride disc 가 기판으로 사용되었다.

2-2. Erosion test

Erosion 에 사용된 고체입자는 SiC 와 Diamond particle 이다. SiC particle 의 size 는 $50 \mu\text{m}$, diamond particle 의 size 는 $500 \mu\text{m}$ 인 것을 사용하였다. 1회 충돌에 사용된 SiC particle 의 양은 0.1g 이었고, 다이아몬드 결정은 10여개가 사용되었다. Double disc 법을 사용하여 측정된 충돌시 고체입자의 속도는 220 ~ 240 m/s 였다.

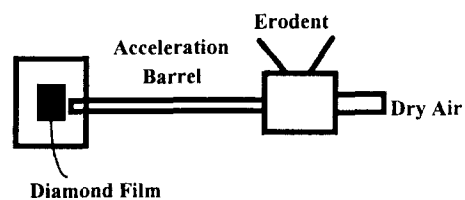


Fig.1. The solid particle erosion rig.

고체입자의 충돌에 의하여 발생한 erosion 을 관찰하기 위하여 SEM, Optical microscopy 가 사용되었으며, 표면 거칠기

의 변화는 α -step 을 사용하여 측정하였고, 다이아몬드의 상변화를 RAMAN spectrometer 로 관찰하였다.

3. 결과 및 토의

DC plasma CVD 법에 의하여 합성된 다이아몬드 후막의 손상면을 Fig.2 에 나타내었다. (a)는 as-grown surface 에서의 결정면들을 보여주는 것이다. (110)방향으로 성장된 결정모서리가 관찰되나, 노출된 결정면들은 대부분 (100) 방향으로 보여진다. SiC particle 에 의해 10 회 충돌을 행한 뒤 손상된 결정면은 (b)에 나타나 있다. 표면에 돌출되어 있던 결정모서리들이 erosion 에 의해 무더진 것을 볼 수 있다. 충돌 횟수가 늘어나 20 회에 이르면 (c)에 보여지듯이 다이아몬드 후막에 균열이 발생하는 것을 알 수 있다.

그림의 오른 쪽에서 보여지듯이 일단 균열이 발생하면 균열 주변에 존재하는 결정립들이 떨어져 나가기 시작하여 다이아몬드의 침식을 가속시키는 것으로 보여지며, 이에 따라 다이아몬드막의 파괴에 까지 이르는 것으로 보인다.

Fig.3 는, erosion 횟수에 따라 표면 거칠기가 감소됨을 보여주고 있다. 이는 증착된 다이아몬드의 결정등에 의해 거

칠어져 있는 표면이 SiC 입자의 erosion 으로 손상되어 표면 거칠기가 줄어들음을 보여준다.

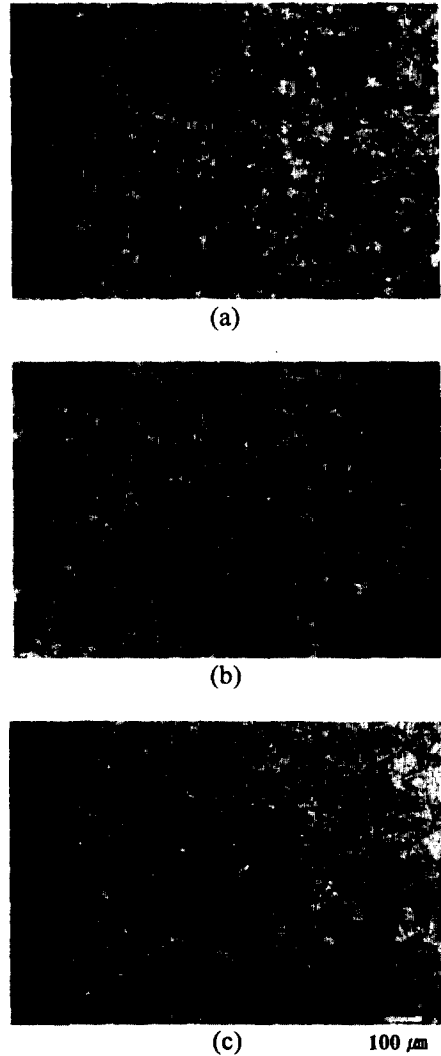


Fig.2. Optical microscopy images of

- (a) as-grown diamond film,
- (b) after 10 times impacts, and
- (c) after 20 times impacts.

20 회 이상의 충돌 이후에는 표면 거칠기의 지속적인 감소가 있을 것으로 예상되나, 표면 균열에 의해 발생된 막의 파괴로 표면 거칠기의 측정이 어려웠다.

다이아몬드결정 내부의 sp^3 결합의 상태를 알아보기 위하여 Raman spectrometer 로 측정 한 결과는 Fig.4 에 나타내었다.

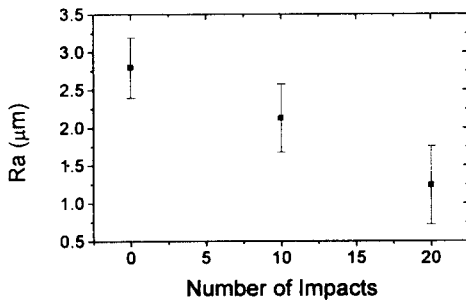


Fig.3. Surface roughness reduction of eroded diamond surface.

그림에서 보여지듯이 10 회의 충돌 실험이 이루어진 면에서는 그렇지 않은 면에서 보다 sp^3 다이아몬드 결정성을 나타내는 1338 cm^{-1} peak 의 FWHM (full width of half maximum) 이 더 넓어진 것을 알 수 있다. 따라서 고체입자의 충돌에 의해, 다이아몬드결정의 표면은 Fig.1 에서 나타낸 바와 같은 물리적 손상 이외에도 결정성의 변화를 받아 결정 자체의

내부 결합이 약화되는 것으로 보여진다.

이런 상변화를 유발하는 원인은 크게 두가지로 나눌 수 있는데, 고체입자의 충돌시 발생한 물리적 충격에 의해 다이아몬드 결정의 결합이 약화되어 나타나는 상변화가 있을 수 있고, 다른 한가지는 충돌시 발생한 높은 온도에 의해 발생한 열적 상변태를 들 수 있을 것이다.

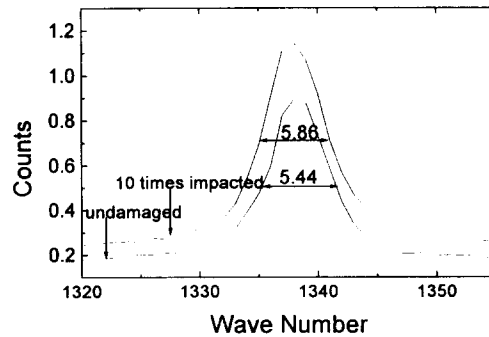


Fig.4. Raman spectrum of uneroded and eroded diamond films.

본 실험에 있어서는 고체입자의 충돌시 육안으로도 관찰될 만큼 밝은 hot spot 이 형성되는 것으로 보아, 첫번째 원인 뿐만 아니라 두번째 원인도 다이아몬드의 원자간 결합력 약화에 기여하는 것으로 생각된다.

4. 결론

다이아몬드 막의 내침식성을 파악하

기 위하여 고체입자 고속충돌실험을 실시한 결과 다음과 같은 사실을 알 수 있었다. 고체입자의 충돌에 의해 발생된 균열부위는 누적되는 고체입자의 충돌에너지에 의해 손상을 입으면서 균열의 확장 및 마의 파괴에 이르는 것으로 관찰되었으며, 이 때 지속적인 표면 거칠기의 감소와 함께 다이아몬드 결정 내부의 원자간 결합력의 약화도 다이아몬드의 침식작용에 기여하는 것으로 관찰되었다.

5. 참고문헌

1. J.E.Field, Q.Sun, H.Gao, G.H.Jilbert, *Wear*, vol 186-187 (1995) 195-202.
2. Z.Feng, Y.Tzeng, J.E.Field, *Thin Solid Films*, vol212 (1992) 35-42.
3. Qiqing Sun, Univ. Of Cambridge, Ph.D thesis.