

## WC-Co계 미세조직에 따른 CVD 다이아몬드 코팅막의 접착력 변화

이동범 · 채기웅<sup>†</sup>

호서대학교 신소재공학전공  
(2003년 11월 15일 접수; 2003년 12월 1일 승인)

### Dependence of the Diamond Coating Adhesion on the Microstructure of WC-Co Substrates

Dong-Beum Lee and Ki-Woong Chae<sup>†</sup>

Department of Materials Science and Engineering, Hoseo University, Chungnam 336-795, Korea  
(Received November 15, 2003; Accepted December 1, 2003)

#### 초 록

평균입자크기가 서로 다른 WC-Co계 모재위에 고온 열처리법과 화학적 에칭방법을 이용하여 다이아몬드 막을 코팅하고 압흔법을 통해 그 접착력(adhesion strength)을 평가하였다. 1450°C의 고온 열처리 방법에 의해 준비된 WC-Co 시편 표면에서는 WC 입자가 성장하였으며, 그 결과 20 µm 이상의 다이아몬드 막이 증착된 경우에도 100 kg의 하중에서도 우수한 접착력이 얻어졌다. 그러나, 모재 표면입자의 과도한 입성장으로 시편 인선부에는 변형이 발생하였으며, 증착된 다이아몬드 막은 거친 표면조도를 보였다. 이와 비교하여, 화학적 부식의 경우에는 submicron 크기의 WC 입자를 제외하고, 2 µm 이상의 WC 입자를 가지는 모재를 이용하여 10 µm의 다이아몬드 코팅막을 증착시킨 경우에는, 60 kg의 하중에서도 양호한 접착력이 유지되었다. 특히, WC 입자가 클수록 접착력의 신뢰성이 대폭 향상되었다. 이는 수 µm 이내의 비교적 얇은 두께의 다이아몬드 막을 증착하는 경우 화학적 에칭방법이 시편 형상의 변형을 방지하고, 양호한 표면조도를 얻을 수 있어 고온 열처리 방식에 비해 효과적임을 의미한다.

#### ABSTRACT

The effect of microstructure of WC-Co substrates which have different WC grain sizes from submicron to 5 µm on the diamond-substrate adhesion strength was investigated. The substrates were pre-treated by two methods : chemical etching with Murakami's solution and subsequently with H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, and thermal heat-treatment. The adhesion strength was estimated by degree of peeling after Rockwell indentation. Diamond films of 20 µm thickness deposited on the heat-treated substrates showed an excellent adhesion strength at the load of 100 kg, which ascribed to the large and elongated WC grains. However, the cutting edge of insert was deformed after heat treatment and the surface morphology of heat treated substrate strongly affected on the surface roughness of the deposited diamond films. On the contrary, the diamond film of 10 µm in thickness on the chemically etched substrates of average WC grain size over 2 µm showed good adhesion strength enough not to peel-off under a load of 60 kg. Especially, the substrate of average WC grain size over 5 µm exhibited much improved reliability of adhesion comparing with the substrate of average grain size under 2 µm. No substrate deformation was observed in this case after the chemical etching, which is more advantageous and more practical in terms of precious machining than the heat treatment case.

**Key words :** Adhesion strength, Diamond coating, Chemical etching, Heat treatment, WC

#### 1. 서 론

기상화학합성법(chemical vapor deposition)으로 다이아몬드 합성이 가능해지면서 이를 응용하고자 하는 연구가 꾸준히 진행되어 왔다.<sup>1-9)</sup> 특히, 산업의 발달로 기존공구로 가공이 불가능한 난삭재 가공용 절삭공구가 요구되면

서 이들 소재를 효율적으로 정밀 가공할 수 있는 다이아몬드 코팅공구가 주목받고 있다. 그런데, 다이아몬드 공구가 다양한 형태의 공구 제작이 가능하고, 건식 가공 등 친환경적 장점을 가지고 있음에도 불구하고 아직 산업적으로 크게 활용되지 못하고 있는데, 그 중 하나의 원인은 증착된 다이아몬드 코팅막이 하중을 담당하는 모재와 적절한 접착력(adhesion strength)을 구현하지 못하고 있기 때문이다.

다이아몬드가 증착되는 가장 적절한 모재로는 WC-Co계 초경재료가 알려져 있다. 그러나 Co 상이 다이아몬드

<sup>†</sup>Corresponding author : Ki-Woong Chae  
E-mail : chaekw@office.hoseo.ac.kr  
Tel : +82-41-540-5765 Fax : +82-41-548-3502

코팅시 흑연화를 촉진하여 막과의 접착강도를 저하시키기 때문에 이들 Co상을 적절히 제거하고 표면의 미세조직을 변화시켜 우수한 접착력을 얻고자 하는 연구가 진행되어 왔다.<sup>10-15)</sup> 이들 방법으로는 화학적 에칭방법<sup>11,12)</sup>과 고온에서의 열처리 방식<sup>13-15)</sup>들이 이용되고 있는데, 아직 이들 방법들에 대한 비교 관찰이나 실제 적용 가능한 응용범위에 대한 보고들은 미비한 실정이다.

따라서 본 연구에서는 WC 입자가 submicron의 크기를 가지는 것과 약 2 $\mu\text{m}$  크기를 가지는 것, 그리고, 약 5 $\mu\text{m}$ 의 평균입자크기를 가지는 WC-Co계 모재를 선택하여 화학적 에칭방법과 고온 열처리 방법을 통해 표면 미세조직을 변화시키고, 각각의 방법에 따른 모재의 미세조직변화와 다이아몬드 막이 증착되었을 때의 현상, 그리고 막의 접착력을 비교 평가하고자 하였다.

## 2. 실험 방법

실험에 사용된 WC-Co시편은 WC의 평균입자크기가 서로 다른 세 종류를 이용하였는데, submicron 크기의 WC 입자를 가진 것(이후부터는 S 시편으로 표시함), WC의 평균입자크기가 1-2 $\mu\text{m}$  인 것(이후 M 시편으로 표기함), 그리고 약 5-6 $\mu\text{m}$ 의 평균입자크기를 가지는 것(이후, L 시편으로 표시함)으로 하였다. 모든 초경시편에서 Co 함량은 6%로 동일하였으며, 시편의 크기는 최종 4x4x3.5 mm로 가공하여 사용하고 모두 아세톤으로 세척한 후 이용하였다.

화학적 에칭은 Murakami 용액에서 5분간 처리하여 탄화물의 에칭을 실시하고 이후 황산용액에서 1분간 부식시켜 Co상을 제거하였다. 그리고 이러한 전처리 효과와 비교하기 위해 아무런 처리도 하지 않은 시편을 동시에 사용하였다. 고온 열처리의 경우에는 흑연발열체로 가열되는 진공소결로에서 행하였는데, 열처리 조건은 1450°C에서 수소분위기로 20분간 처리후 메탄분위기로 바꾸어 20분간 실시하여 총 40분의 열처리를 2 torr의 압력조건에서 행하였다.

다이아몬드 합성은 hot filament CVD 장치를 사용하였는데, 이것은 30개의 선형 필라멘트가 평행하게 배열된 장치로써 각각의 필라멘트는 직경 0.3 mm, 길이 20 cm의 텅스텐선을 사용하였다. 수소와 메탄을 합성가스로 사용하였으며 총유량 500 sccm에 메탄농도는 3%로 15 sccm를 흘려주었다. 필라멘트의 온도는 optical pyrometer로 측정하여 2100-2200°C를 유지하였으며, 열전대로 측정된 기판온도는 1000°C였다. 열필라멘트와 다이아몬드가 코팅되는 모재간의 거리는 약 5 mm였다. 다이아몬드 코팅 전후의 시편의 표면미세조직은 주사전자현미경(Scanning Electron Microscopy)으로 관찰하였으며, 다이아몬드 막의 접착력은 로크웰 경도기를 이용한 압흔법(indentation method)으로 비교 관찰하였다.

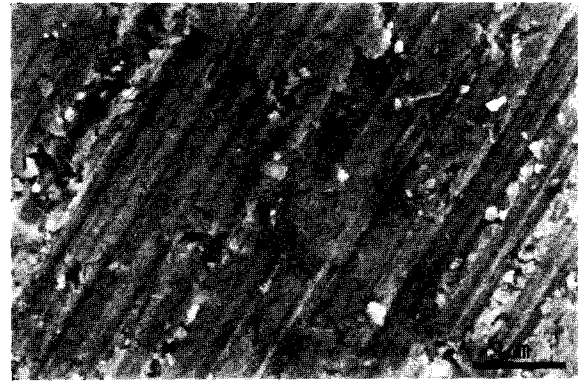


Fig. 1. Surface morphology of commercial WC-Co substrate.

## 3. 결과 및 토의

Fig. 1은 WC-Co계 초경재료의 일반적인 표면미세조직인데 공구의 형태로 가공되면서 표면에 거친 가공흔적이 그대로 남아 있는 것을 알 수 있다. WC 입자의 크기나 조성에 관계없이 가공 후는 모두 동일한 미세조직을 보이는데, 만약 이러한 미세조직에 아무런 처리를 하지 않고 다이아몬드를 증착하는 경우 Co상에 의해 초기 흑연이 증착되어 수  $\mu\text{m}$  미만의 코팅 막에서도 다이아몬드 막 자체의 잔류응력에 의해 모두 모재로부터 박리되는 약한 접착력을 보이게 된다.<sup>10)</sup> Fig. 2는 WC의 평균입자크기가 서로 다른 초경재료들에 화학적 에칭을 실시한 이후의 미세조직으로, (a)는 S 시편(submicron WC 입자)을, (b)는 WC의 평균입경이 1-2 $\mu\text{m}$ 인 M 시편을, 그리고, (c)는 약 5-6 $\mu\text{m}$ 의 WC 입자크기를 가지는 L 시편이다. (a)는 약 0.5 $\mu\text{m}$  크기의 각진 형상의 WC 입자들로 구성되어 있다. 그리고 WC 입자들 사이에서는 많은 기공이 관찰되는데, 이는 황산용액에 의해 Co 상이 시편의 표면으로부터 제거되었기 때문이다. (b)에서도 평균입자크기가 약 2 $\mu\text{m}$  정도인 WC 입자가 관찰되며, 앞서와 동일하게 Co 상은 표면에서 모두 제거된 것을 알 수 있다. WC 입자는 HCP 구조를 가지고 있어 각진 다각형의 판상 형상을 가지는데 Murakami 용액으로 인한 부식으로 입자 표면이 매우 거칠고 굴곡이 심한 형태로 변화하였다. (c)의 L 시편에서도 (a), (b)와 동일한 형태의 미세조직으로 WC 입자크기만 약 5-6 $\mu\text{m}$ 로 매우 큰 것을 알 수 있다. 화학적 에칭방법에 의해 WC 입자의 표면을 거칠게 부식시킬 수 있으며 Co 상을 쉽게 제거할 수 있음을 알 수 있다.

한편, Fig. 3은 진공 소결로를 이용하여 1450°C의 온도에서 20분간의 수소분위기와 20분간의 메탄분위기로 시편을 열처리한 이후에 얻어진 시편의 표면을 관찰한 미세조직사진이다. (a)는 S 시편을, (b)는 M 시편을, 그리고, (c)는 L 시편이다. (a)에서 WC 입자가 1-2 $\mu\text{m}$ 로 앞서 관찰한 Fig. 1(a)와 비교하여 다소 입성장이 일어났으며, 고

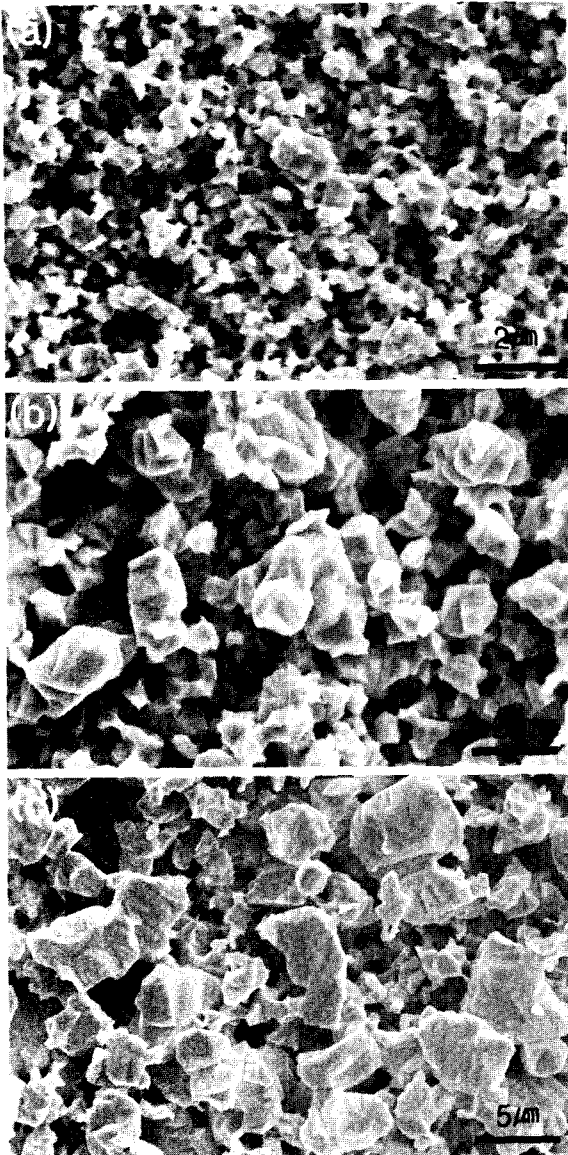


Fig. 2. SEM micrographs of the chemically etched WC-Co substrates : (a) S specimen, (b) M specimen, and (c) L specimen.

은 열처리에 의해 입자형상은 전형적인 각진 다각형의 모습을 보이고 있다. (b)와 (c)의 경우는 Fig. 2에서 관찰한 에칭된 WC 입자와는 다른 모습인데, (b)는 초기 약  $2\mu\text{m}$  내외의 WC 입자가 평균  $10\mu\text{m}$  정도로 성장하였으며, (c)는 평균  $13\mu\text{m}$  이상으로 매우 크게 성장한 것을 알 수 있다. Fig. 3에서 보여주는 WC 입자의 변화는 Co 액상의 증발과 함께 수소와 메탄 분위기를 사용한 탈탄과 재탄화 반응에 의해 시편의 표면부에서 WC가 비정상입자로 성장한 것에 기인한 것으로, 이에 대한 관찰은 보고된 바 있다.<sup>16)</sup> Fig. 3의 결과로부터 수소와 메탄분위기를 이용한 열처리 방법으로 초경재료의 표면에 효과적으로 비정상 입성장을 일으킬 수 있음을 알 수 있다. WC-Co 계에서

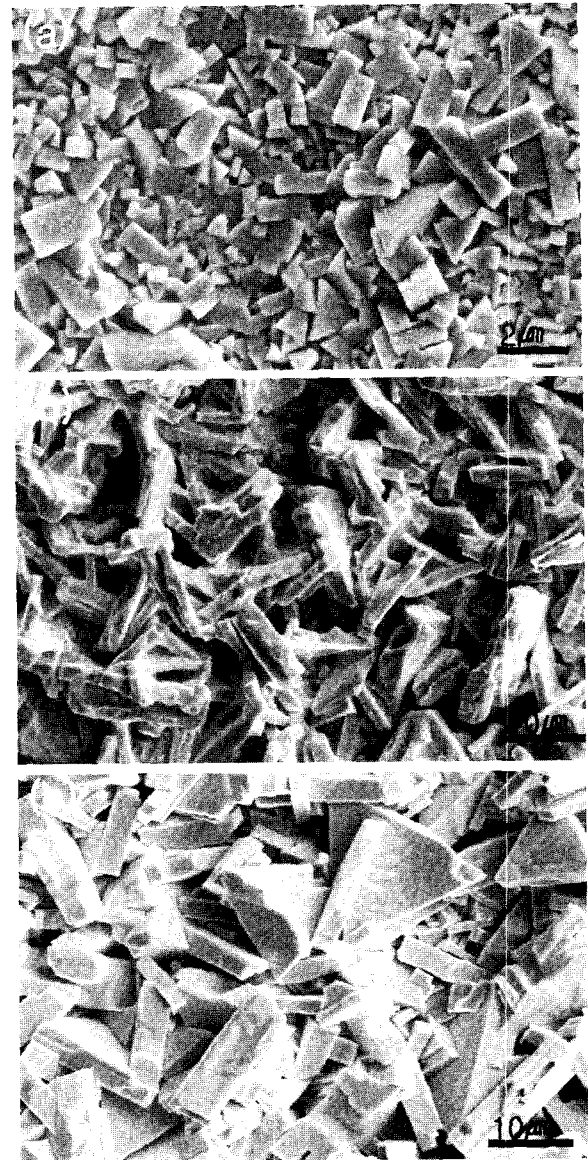


Fig. 3. SEM micrographs of the heat treated WC-Co substrates : (a) S specimen, (b) M specimen, and (c) L specimen.

입자의 크기는 초경재료의 물성에 직접적인 영향을 미치게 되어 VC, TaC, 그리고 TiC 등 다양한 탄화물이 첨가하여 소결중의 입자성장을 억제한다.<sup>17)</sup> 고온 열처리에 의해서도 S 시편에서는 효과적으로 입자성장이 억제되고 있는데, 이는 입성장 억제를 위해 많은 양의 타탄화물이 첨가되어 그 영향이 열처리중에도 작용하기 때문으로 믿어지나, 추후 이에 대한 검토가 필요할 것으로 사료된다.

Figs. 2와 3의 전처리 시편들에 대해서 표면 거칠기 정도를  $\alpha$ -step를 이용하여 측정하였다. 화학적 에칭의 경우 S 시편과 M 시편, 그리고 L 시편의 평균조도가 각각  $1.1\mu\text{m}$ ,  $2.4\mu\text{m}$ , 그리고  $1.0\mu\text{m}$ 로 입자크기에 무관하게 그 차이는 미미했다. WC 입자크기가  $1-2\mu\text{m}$ 인 M 시편과

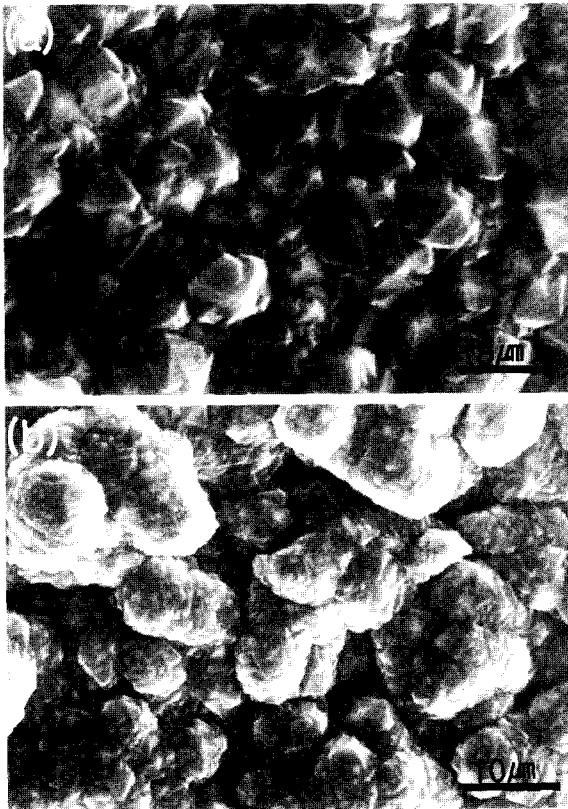


Fig. 4. Microstructures of the diamond film deposited for 3 h on the substrates shown in (a) Fig. 2(b) and (b) Fig. 3(b), respectively.

비교하여 오히려 L 시편에서 더 양호한 표면조도가 측정되는데, 이는 L 시편에서 5  $\mu\text{m}$ 의 큰 입자가 표면을 채우고 있기 때문에 이들 입자내에서는 표면조도가 균일하기 측정되기 때문으로 생각된다. Fig. 3의 고온 열처리의 경우는 S 시편에서 2.2  $\mu\text{m}$ 로 화학적 에칭의 경우와 큰 차이를 보이지 않았으나, M 시편과 L 시편의 경우에는 4.5  $\mu\text{m}$ 와 7.2  $\mu\text{m}$ 로 대폭 거칠기가 증가하였다. 즉, 화학적 에칭의 경우 WC 입자의 크기가 서로 다른 미세조직의 차이에도 불구하고 에칭후 큰 변화를 관찰할 수 없었으나, 열처리의 경우에는 초기 입자 크기가 2  $\mu\text{m}$  이상 되는 경우 열처리 후에 표면조도에 매우 큰 변화가 있게 됨을 알 수 있다.

Fig. 4는 M 시편을 모재로, 화학적 에칭을 실시한 Fig. 2(b)와 고온 열처리한 Fig. 3(b)를 HF-CVD 장치를 이용하여 3시간동안 다이아몬드 막을 증착한 후 관찰한 미세조직이다. 두 미세조직에서 합성된 다이아몬드 입자는 약 2-3  $\mu\text{m}$ 의 크기를 보이고 있으며, 전형적인 증착된 다이아몬드의 결정모습을 보이고 있다. 증착 막의 두께는 약 3  $\mu\text{m}$ 로 시간당 1  $\mu\text{m}$ 의 증착속도를 보였다. (b)는 미세조직 전체의 모습을 확인하기 위해 (a)와 비교하여 좀더 낮은 배율로 관찰한 것인데, 두 미세조직에서는 서로 커다란 차이점이 관찰된다. 즉, 3시간의 짧은 시간동안 수  $\mu\text{m}$ 의 다이아

몬드 막을 증착시키는 경우 열처리된 시편의 미세조직이 최종 다이아몬드가 증착된 후의 미세조직에 매우 큰 영향을 미친다는 점이다. 즉, Fig. 4(a)의 표면을  $\alpha$ -step으로 측정된 결과 2.5  $\mu\text{m}$ 로 증착된 다이아몬드의 결정성에 기인한 거칠기 영향밖에 없었다. 그러나 Fig. 4(b)의 경우에는 열처리에 의해 도출된 표면미세조직이 다이아몬드 코팅이 후에도 그대로 남아 있어 측정된 거칠기는 4.2  $\mu\text{m}$ 로 매우 컸다. 비정상입성장으로 돌탑모양으로 도출된 WC 입자에 다이아몬드 막이 증착되었으나 도출된 입자형태는 그대로 남아 있다. 이 경우 표면조도가 매우 좋지 않아, 실제적으로 절삭가공에는 응용될 수 없다. 즉, 수  $\mu\text{m}$  두께의 다이아몬드 막을 코팅하여 응용하고자 하는 경우 고온의 열처리방식이 문제가 있음을 알 수 있다.

한편, S 시편과 L 시편의 경우에는 화학적 에칭을 하여 3시간 다이아몬드 막을 증착한 경우에 표면 거칠기는 Fig. 4(a)와 동일한 결과를 보였다. 고온 열처리의 경우 S 시편에서는 표면 거칠기가 에칭의 경우와 구별할 수 없었으나, L 시편에서는 표면에서 WC의 입성장이 매우 크게 일어났으므로 M 시편과 비교하여 좀더 거친 표면 거칠기를 보였다. 결론적으로 매우 짧은 시간 다이아몬드 증착이 이루어지는 경우에는 코팅전 모재의 표면미세조직

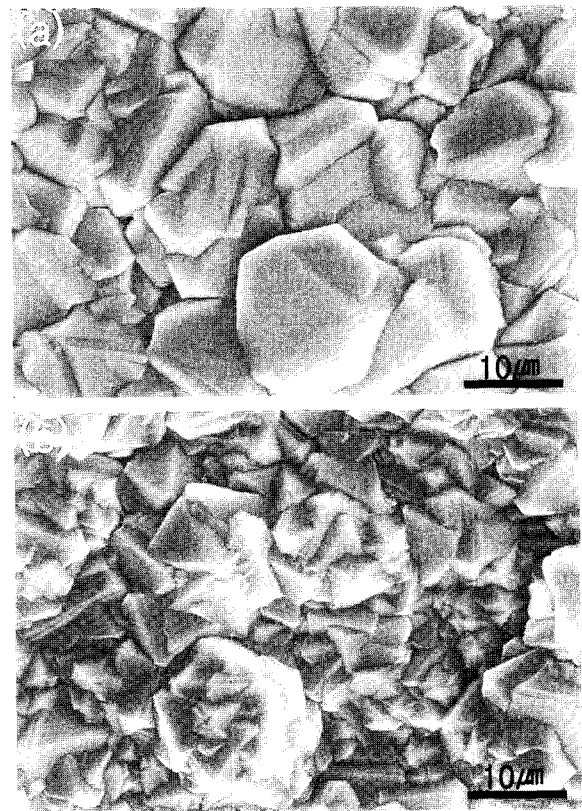


Fig. 5. Microstructures of the diamond film deposited on the heat-treated M specimen for 15 h. (a) shows the edge and (b) shows the center of the substrate, respectively.

이 최종 다이아몬드 막이 증착된 미세조직을 결정하는 것을 알 수 있다.

Fig. 5는 M 시편으로 초경공구의 대표적인 형상인 SPGN 120304 형상으로 제작하여 앞서 Fig. 3과 동일한 방식으로 고온 열처리하고 10시간동안 다이아몬드 막을 증착시켜, 시편내의 인선부(절삭부)와 중심부에서의 다이아몬드 입자를 관찰한 미세조직사진이다. 다이아몬드 입자는 대부분 (111)와 (220)면을 가지는 우수한 결정성을 시편의 위치에 관계없이 보이고 있으며, 앞서 Fig. 4(b)에서 관찰되었던 돌탑모양의 굴곡은 모두 사라지고 평탄한 면을 가지는 다이아몬드 막이 증착된 것을 알 수 있다. 약 10µm 두께의 다이아몬드 막이 증착되는 경우 초기 모재의 미세조직이 보였던 표면 영향이 사라지는 것을 알 수 있다. 그런데, Fig. 5(a)와 (b)는 동일 시편에서의 미세조직이나 다이아몬드가 증착된 장소에 따라 다이아몬드 입자크기에 현저한 차이를 보이고 있다. 즉, (a)는 인선부 영역으로 중심부의 입자에 비해 약 1.5배 이상 크게 성장한 것을 알 수 있다.

Fig. 6은 M 시편을 SPGN 120304 형상으로 가공하여 고온 열처리한 직후 인선부를 저배율로 관찰한 미세조직이다. 시편의 인선부가 다른 부분과 비교하여 100µm 정도의 영역에서 돌출되는 변형이 관찰되고 있다. 이렇게 돌출된 부분에 의해 증착된 다이아몬드 입자의 크기에 차이가 나타나는 것으로 판단된다. 화학적 에칭의 경우는 Fig. 6과 같은 시편 인선부에서의 변형현상이 관찰되지 않았으며, 다이아몬드 증착후에도 시편내에서 영역에 따른 다이아몬드 입자의 크기차이는 관찰되지 않았다. 고온 열처리에 의한 시편 인선부의 변형현상은 L 시편의 경우 더욱 심각하게 진행되어, 고온 열처리에 의해 표면입자의 비정상입성장이 이러한 인선부의 변형을 초래하는 것임을 확인할 수 있었다.

수소와 메탄분위기상에서 일어나는 표면에서의 비정상

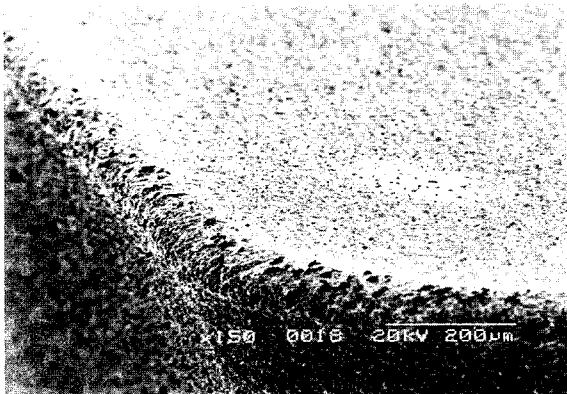


Fig. 6. Surface morphology of the heat treated M specimen. The cutting edge was deformed and protruded after heat-treatment.

입성장은 WC의 탄탈과 재탄화 과정으로 진행되면서 Co 액상량의 변화가 이러한 반응에 중요한 영향을 미치는 것으로 알려져 있다.<sup>16)</sup> 즉, 일정 탄소량에서 Co양의 감소는 탄탈을 빠르게 진행시켜 결국은 빠른 WC의 비정상입성장을 가능하게 하는 것이다. 시편의 인선부는 곡률을 가지게 되며 그에 따라 평면영역에서보다 더욱 큰 증기압을 가지고 빠른 Co 상의 증발이 가능하다. 따라서 다른 영역에 비해 상대적으로 빠른 비정상입성장이 가능하고 그 영향으로 인선부에 변형이 일어나는 것으로 판단된다. 이러한 사실은 인선부의 비정상입자의 크기가 다른 영역에 비해 상대적으로 크게 성장한 모습이 관찰되는 것으로 확인할 수 있다. 그런데, 이러한 인선부에서의 변형은 그 영역이 매우 작지만 실제 다이아몬드 코팅 공구가 절삭가공에 적용될 때 인선부의 특성에 의해 절삭성능이 결정되므로 가공정밀도와 공구 수명에 매우 심각한 문제를 야기할 수 있어 바람직하지 못한 현상이다.

한편, SiC-TiC-Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>계<sup>5)</sup>와 WC-Co계<sup>9,10,18)</sup>에서 성장한 비정상입자가 증착되는 막과 기계적인 영킴 효과(mechanical interlocking)를 발휘하여 매우 효과적인 접착력을 구현하는 것으로 알려져 있다. 따라서, 입자크기가 서로 다른 WC-Co를 화학적 에칭과 고온 열처리 방식으로 처리한 시편들을 각각 5시간 10시간, 그리고, 20시간씩 다이아몬드 막을 증착하여 로크웰 경도기로 60 kg과 100 kg의 하중을 주어 압흔법으로 다이아몬드 막의 박리정도를 평가하여 접착력을 비교해 보았다. Fig. 7(a)는 S 시편으로 화학적 에칭으로 얻은 시편에 5µm의 다이아몬드 막을 증착하여 테스트한 것으로, 매우 얇은 다이아몬드 막이었음에도 불구하고 압흔에 의해 시편 전체에 걸쳐 막이 박리되었으며, 따라서 매우 약한 접착력을 확인할 수 있다. 아울러, 고온 열처리한 S 시편의 경우에서도 Fig. 7(a)와 같은 결과를 보여 두 방법 모두에서 적절한 접착력을 얻을 수 없었다. Fig. 7(b)는 초기 WC 입자크기가 5µm 인 L 시편에 화학적 에칭으로 부식을 시켜 10µm의 다이아몬드 막을 증착하고 압흔한 결과이다. 압흔 주위의 다이아몬드 막이 여전히 모재와 접착되어 있어 양호한 접착력이 얻어졌음을 알 수 있으며, 2µm의 WC 입자크기를 보였던 M 시편에서도 Fig. 7(b)와 동일한 모습의 양호한 접착력이 얻어졌다. 그러나, 다이아몬드 증착 두께를 증가하여 20µm로 증착하고 60 kg으로 측정된 결과 모두 박리되는 결과를 보였다. Fig. 7(c)는 M 시편을 고온 열처리한 Fig. 3(b) 시편에 20µm의 다이아몬드 막을 증착하여 하중을 100 kg으로 증가하여 압흔한 결과인데, 압흔 주위가 큰 하중에 의해 밀려났음에도 불구하고 다이아몬드 증착막은 모재와 밀착하고 있어 표면에서의 비정상입성장에 의해 도출된 입자가 다이아몬드 막의 접착력을 증가시키는데 매우 효과적임을 알 수 있다. 열처리한 L 시편에서도 같은 결과를 보였다.

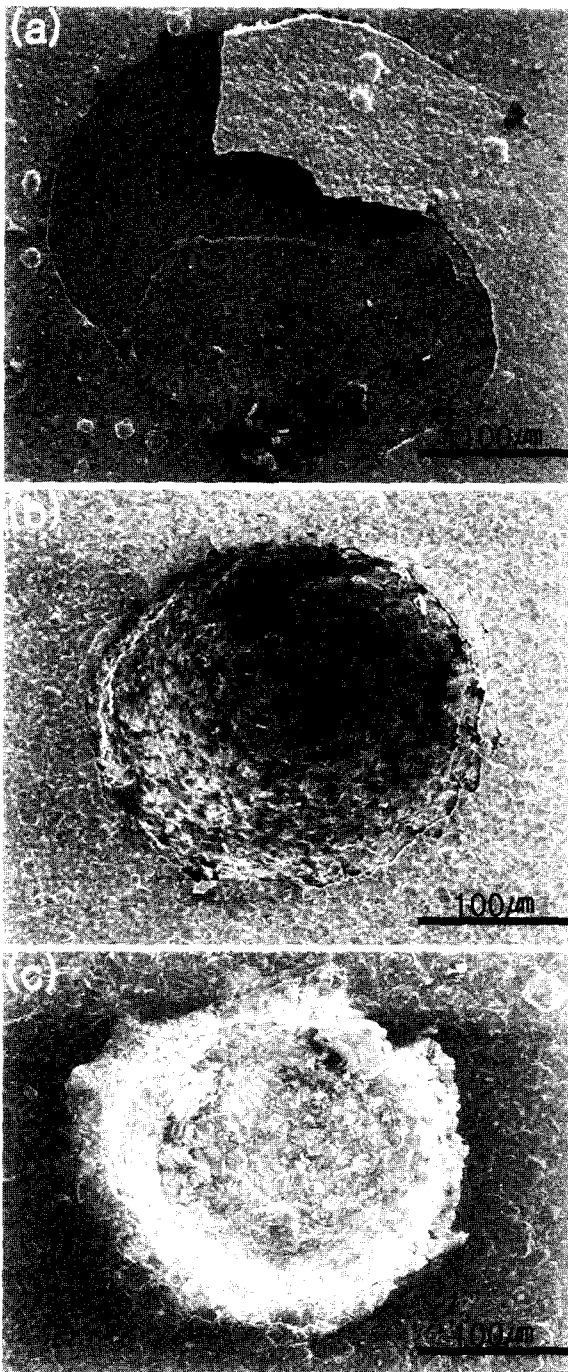


Fig. 7. SEM micrographs showing Rockwell contact impression on the diamond film coated WC-Co substrates.

(a) S specimen, pre-treatment by chemical etching, deposition for 5 h, and indentation load of 60 kg, (b) L specimen, pre-treatment by chemical etching, deposition for 10 h, and indentation load of 60 kg, and (c) M specimen, pre-treatment by thermal heat treatment, deposition for 20 h, and indentation load of 100 kg.

한편, 화학적 에칭을 통한 M 시편과 L 시편의 접착력 평가에서는 한 시편에서 여러 영역을 평가한 결과 접착력

의 신뢰성에 차이를 보였다. 즉, WC 입자의 크기가  $2\mu\text{m}$  인 에칭한 M 시편의 경우 총 측정 횟수중 20~30%에서 다이아몬드 막의 부분적인 박리가 발생하였으나, WC 입자 크기가  $5\mu\text{m}$  인 L 시편의 경우에는 10% 미만의 박리가 발생하여 L 시편에서 신뢰성 높은 접착력을 보였다. 즉, WC 입자가 클수록 화학적 에칭에 의해 매우 신뢰할 수 있는 접착력이 얻어짐을 알 수 있으며,  $5\mu\text{m}$  이상의 WC 입자에서는 재현성 있는 기계적 영킹 효과에 의한 접착력을 기대할 수 있는 것으로 판단된다.

#### 4. 결 론

WC-Co계를 모재로 하여 화학적 부식과 고온 열처리 방식을 적용하여 다이아몬드 막의 접착력을 평가하였다. WC 입자가  $1\mu\text{m}$  미만의 submicron 크기를 가지는 경우에는 화학적 에칭 및 고온 열처리 방식으로는 적절한 접착력을 얻을 수 없었다. 그러나 WC 입자크기가  $2\mu\text{m}$  이상 되는 경우에는 화학적 에칭을 통해  $10\mu\text{m}$  두께의 다이아몬드 막이 증착되는 경우에도 로크웰경도기로 60 kg의 하중에서 양호한 접착력을 보였다. 그런데 한 시편에서 측정된 접착력에서는 WC 입자크기가  $2\mu\text{m}$ 인 경우 측정 횟수중 20~30%에서 부분적인 박리현상이 관찰되었으나, WC 입자크기가  $5\mu\text{m}$ 인 경우에는 10% 미만에서 박리현상을 보여, WC의 입자크기가 클수록 시편 전체에서 신뢰할 수 있는 접착력을 얻을 수 있었다.

한편, 고온 열처리의 경우 WC 입자가  $2\mu\text{m}$  이상 되는 경우에는 표면에서의 비정상입성장이 일어나,  $20\mu\text{m}$  이상의 두꺼운 다이아몬드 막이 증착된 경우에도 100 kg의 하중에서도 우수한 접착력을 보였다. 그러나 고온 열처리로 모재 표면에 생성된 도출 입자 구조는  $5\mu\text{m}$  이내의 얇은 다이아몬드 막이 증착되는 경우 그대로 보존되어 표면의 거칠기를 대폭 증가시켰으며, 시편 인선부에서 형상 변형을 일으켜, 한 시편내에서의 다이아몬드 입자의 크기 불균일을 일으켰다. 결국, 고온 열처리 방식은 우수한 접착력을 구현할 수 있으나, 시편의 변형과 거칠기를 증가시키므로, 수  $\mu\text{m}$  이내의 얇은 다이아몬드 코팅 막을 적용하는 경우에는 화학적 에칭방법이 더욱 효과적임을 확인하였다.

#### REFERENCES

1. T. Yashiki, T. Nakanura, N. Fujimori, and T. Nakai, "Practical Properties of Chemical Vapor Deposition Diamond Tools," *Surf. and Coat. Tech.*, **52** 81 (1992).
2. M. Murakawa, S. Rakeuchi, H. Miyazawa, and Y. Hirose, "Chemical Vapor Deposition of a Diamond Coating onto a Tungsten Carbide Tool Using Ethanol," *Surf. Coat. Tech.*, **36** 303-10 (1988).

3. Y. Liou, A. Inspektor, R. Weimer, D. Knight, and R. Messier, "The Effect of Oxygen in Diamond Deposition by Microwave Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition," *J. Mater. Res.*, **5** [11] 2305-12 (1990).
4. M. Kawarada, K. Kurihara, K. Sasaki, A. Teshima, and N. Koshino, "Thick Diamond Film Synthesis by DC Plasma Jet CVD," *Sci. Tech. New Diamond*, pp. 59-63, KTK Scientific Publishers (1990).
5. K. W. Chae, Y. J. Baik, and D. Y. Kim, "Dependence of the Diamond Coating Adhesion on the Microstructure of SiC-Based Substrates," *Diamond and Rel. Mater.*, **8** 1018-21 (1999).
6. E. J. Oles, A. Inspektor, and C. E. Bauer, "The New Diamond-Coated Carbide Cutting Tools," *Diamond and Rel. Mater.*, **5** 617 (1996).
7. J. H. Kim, D. Y. Jung, and H. K. Oh, "Thin Film Adhesion and Cutting Performance in Diamond-Coated Tools," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **3** [2] 105-09 (1997).
8. M. S. Kang, W. S. Lee, Y. J. Baik, K. W. Chae, and D. S. Lim, "Synthesis of Nanocrystalline Diamond Film by Hot Filament CVD Method," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **38** [1] 34-8 (2001).
9. W. S. Lee, Y. J. Baik, and K. W. Chae, "Diamond Thick Film Deposition in Wafer Scale using Single-Cathode Direct Current Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition," *Thin Solid Films.*, **435** 89-94 (2003).
10. B. S. Park, Y. J. Baik, K. R. Lee, K. Y. Eun, and D. H. Kim, "Behaviour of Co Binder Phase During Diamond Deposition on WC-Co Substrate," *Diamond and Rel. Mater.*, **2** 910-17 (1993).
11. M. G. Peters and R. H. Cummings, "Methods for Coating Adherent Diamond Films on Cemented Tungsten Carbide Substrates," *US Patent 5236740* (1993).
12. W. S. Lee, Y. J. Baik, and K. Y. Eun, "Fabrication Method for Diamond Coated Cemented Carbide Cutting Tool," *US Patent 5700518* Sep. 12 (1996).
13. T. Okamura, "CVD Diamond Coated Cutting Tools and Method of Manufacture," *US Patent 5618625* (1997).
14. S. Kameoka, T. Ikeda, and T. Sato, "Method for the Preparation of WC-Co Alloys and Hard Carbon-Layer Coated on WC-Co Alloys and their Coated Tools," *US Patent 5733668* (1998).
15. P. George, M. William, J. Edward, D. Gerald, E. Charles, and Aharon, "Diamond Coated Tools and Wear Parts," *US Patent 5585176* (1996).
16. S. H. Yeo, W. S. Lee, Y. J. Baik, K. W. Chae, and D. S. Lim, "The Growth Behavior of Surface Grains of WC-6%Co Alloy During Heat Treatment," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **38** [1] 28-33 (2001).
17. G. E. Spriggs, "A History of Fine Grained Hardmetal," *Int. J. Metals & Hard Mater.*, **13** 241-55 (1995).
18. E. J. Oles and V. J. Cackowski, "Performance Characteristics of CVD Diamond Cutting Tools," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **2** [4] 203-11 (1996).