



## Ion beam assisted DC magnetron sputtering에 의한 렌즈 유리 성형용 WC 합금의 Ir-Re 박막 특성

박종석<sup>a</sup>, 박범수<sup>b</sup>, 강상도<sup>b</sup>, 양국현<sup>b</sup>, 이경구<sup>c</sup>, 이도재<sup>a</sup>, 이광민<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup>전남대학교 신소재공학부, <sup>b</sup>에이지 광학, <sup>c</sup>타이타늄·특수합금부품개발지원센터

## Characteristics of Ir-Re Thin Films on WC for Lens Glass Molding by Ion Beam Assisted DC Magnetron Sputtering

Jong-seok Park<sup>a</sup>, Burm-su Park<sup>b</sup>, Sang-do Kang<sup>b</sup>, Kook-hyun Yang<sup>b</sup>,  
 Kyung-Ku Lee<sup>c</sup>, Doh-jae Lee<sup>a</sup>, Kwang-min Lee<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup>Department of Materials Science and Engineering, Chonnam National University,  
 Gwangju 500-757, Korea

<sup>b</sup>A. G. Optics Co., Ancheong-Dong, Gwangju 500-258, Korea

<sup>c</sup>R&D Center for Titanium and Special Alloys, Gwangju 500-706, Korea

(Received April 23, 2008 ; revised May 29, 2008 ; accepted June 26, 2008)

### Abstract

Ir-Re thin films with Ti interlayer were deposited onto the tungsten carbide substrate by ion beam assisted DC magnetron sputtering. The Ir-Re films were prepared with targets of having two atomic percent of 7:3 and 5:5. The microstructure and surface analysis of the specimen were conducted by using SEM, XRD and AFM. Mechanical properties such as hardness and adhesion strength of Ir-Re thin film also were examined. The interlayer of pure titanium was formed with 100 nm thickness. The film growth of Ir-30at.%Re was faster than that of Ir-50at.%Re in the same deposition conditions. Ir-Re thin films consisted of dense and columnar structure irrespective of the different target compositions. The values of hardness and adhesion strength of Ir-30at.%Re thin film coated on WC substrate were higher than those of Ir-50at.%Re thin film.

*Keywords: Ir-Re, Ion beam assisted DC magnetron sputtering, Molding core, Tungsten carbide(WC)*

## 1. 서 론

최근 초정밀광학기기의 발전, 휴대단말기용 카메라 모듈, 디지털 카메라, 광통신 모듈용 렌즈 등의 사용량이 급증하고 있다. 이에 따라 플라스틱 렌즈 또는 구면 유리 렌즈에서 구현하기 어려운 광학적 성능을 가지고 있고, 구면 유리 렌즈에서 해결이 어려운 왜곡수차, 구면수차 등을 극소화하거나 제거할 수 있는 장점을 가진 비구면 유리 렌즈에 대한 수요 또한 증가하고 있다. 이러한 비구면 유리 렌즈는 일반적으로 초경합금 성형용 코어를 이용하여

고온 압축 성형방식으로 제작되기 때문에 성형용 코어의 초정밀 연삭가공 및 코어면 코팅기술 개발이 시급한 상황이다<sup>1-3)</sup>.

특히, 최근 비구면 유리 렌즈 성형분야에서 성형용 초경합금 코어면의 Iridium-Rhenium(Ir-Re) 코팅은 성형공정 시 유리 렌즈와 성형용 코어와의 이형성 향상 및 성형용 코어 수명향상을 위해 주목받고 있는 기술 분야이다. Ir-Re 코팅은 고경도, 고탄성, 내마모성, 화학적 안정성을 가지기 때문에 다양한 분야에서 많은 연구가 이루어지고 있으며, 산업분야에서 광범위하게 적용되고 있다<sup>4-6)</sup>.

따라서 본 연구에서는 ion beam assisted DC magnetron sputtering 방법을 이용하여 각기 다른 조

\*Corresponding author. E-mail : kmlee@chonnam.ac.kr

성의 Ir-Re박막을 증착하였고 코어와의 강한 접착력을 위해 중간층으로 Ti를 증착하였다.

## 2. 실험 방법

본 연구에 사용된 초경합금은 기존 금형 제품으로 사용되고 있는 일본 DIJET사의 Tungsten carbide (WC) FB01로 그 합금조성은 94W-5C-1Co(wt.%) 이었다. 그림 1은 본 연구에 사용된 초경합금의 표면형상을 나타내었으며, 입자크기는 약 1.0 μm이었다. 코팅을 위한 시편은 FB01 WC 봉재(∅10)를 Diamond cutting machine을 이용하여 3 mm 두께로 절단하였다.

초경 시편의 경우 경도가 높아 SiC 연마지로는 연마가 불가능하여 입도별로 제작된 다이아몬드 플레이트를 사용하여 #600부터 #3000까지 습식연마를 실시하였다. 이와 같이 제조된 시편은 정연마를 위해 다이아몬드 페이스트를 사용하여 1.0 μm에서 0.3 μm까지 순차적으로 연마하였다. 이 후 시편표

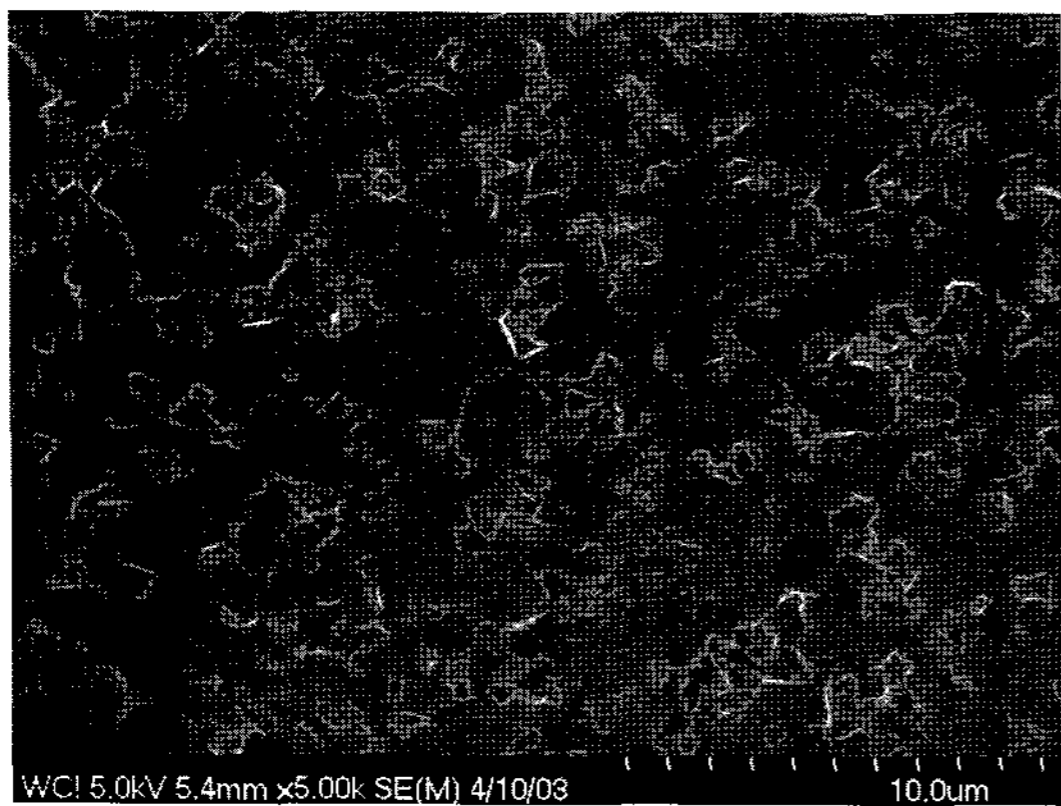


Fig. 1. SEM surface morphology of WC substrate.

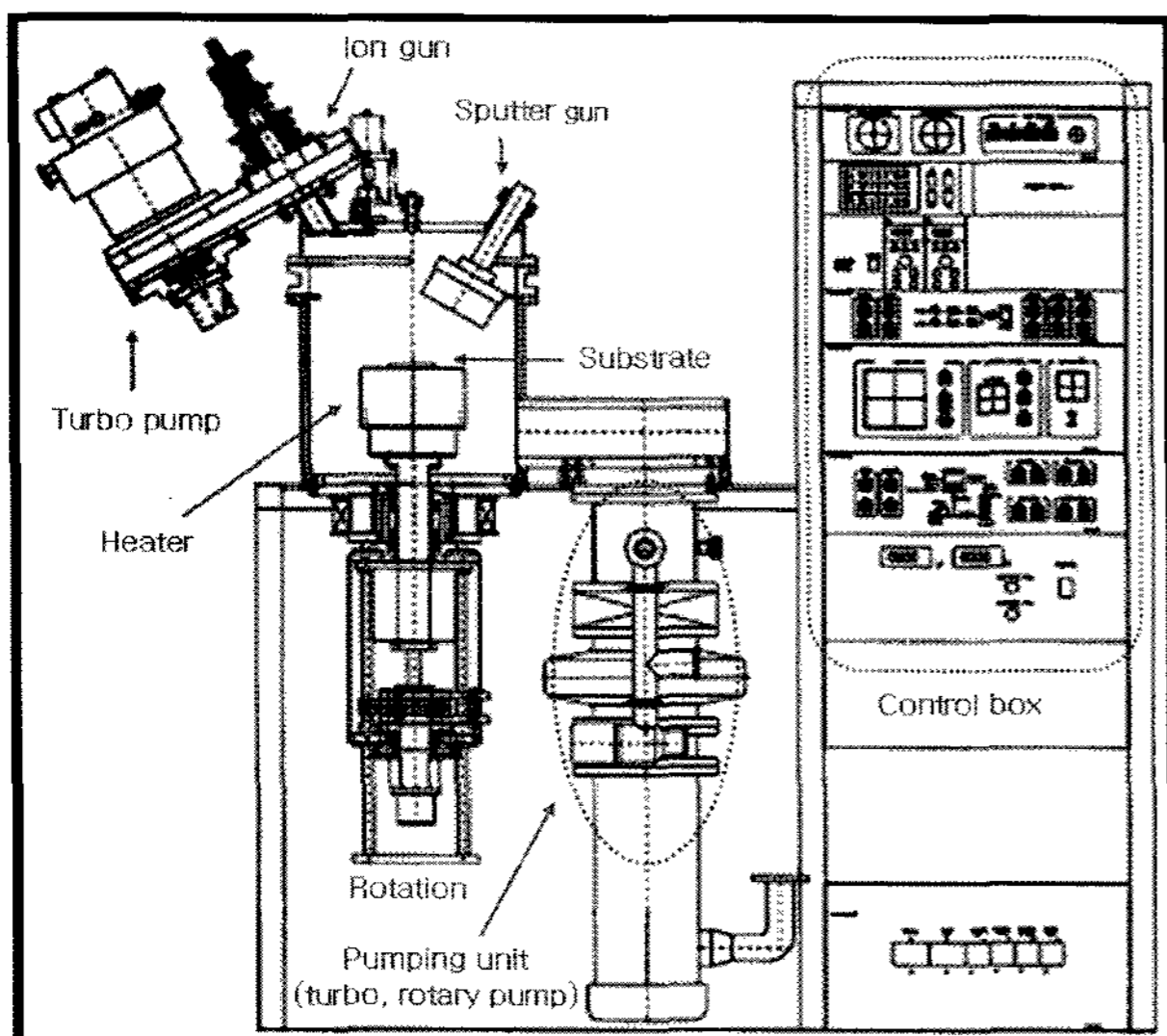


Fig. 2. Schematic unbalanced DC Magnetron Sputter with Ion Gun.

면에 존재하는 잔류 유기물 및 불순물 제거를 위해 알코올과 아세톤으로 각 15분씩 초음파 세척하고 증류수로 세척한 후 건조하여 2차적인 오염을 방지하기 위해 진공 데시게이터에 보관하였다.

본 연구에 사용된 PVD 코팅장비는 그림 2와 같이 초경시편의 건식세정을 위한 Ion gun과 Magnetron sputtering으로 구성되어 있다. 코팅은 unbalanced DC magnetron sputtering 법을 이용하여 기판에 증착하였다. 코팅 공정은 표 1에 나타난 바와 같이 타겟과 시편과의 거리는 380mm로 고정하였다. 타겟은 직경이 4 inch인 Ti(99.9% purity)과 Ir-30at.%Re과 Ir-50at.%Re의 두 조성의 타겟을 사용하였고 챔버 분위기는 초고순도 아르곤을 사용하였다. 증착하기 전 시편의 표면 잔류응력 및 Co rich 현상을 제거하기 위하여  $5 \times 10^{-3}$  mtorr 이하의 진공 분위기에서 600°C로 30분 동안 열처리 하였고 그 후 표면 불순물 및 산화층 제거를 목적으로 Plasma cleaning을 실시하였다.

Ir-Re 최종박막층을 성장시키기 위하여 Ti 중간층을 50 nm로 일정하게 증착시켰으며 타겟 종류에 따라 각각 동일한 시간 동안 증착하였다. 이 후 코팅층의 인장응력을 제거하기 위하여 600°C에서 20분간 소둔처리를 시행하였다.

이와 같이 얻어진 시편의 결정성을 조사하기 위해 XRD(X-Ray Diffraction, RIGAKU, DMAX/1200)로 박막의 상을 확인하였으며, 타겟의 조성과 박막의 조성이 동일한지 알아보기 위하여 ESCA(Electron Spectroscopy for Chemical Analyzer, VG Multilab 2000)를 이용하여 코팅표면에서 깊이에 따른 박막의 조성을 정량분석하였다. FE-SEM(Field Emission Scanning Electron Microscope, S-4700)과 AFM (Atomic Force Microscope, Nanoscope-III)을 이용하여 코팅층의 표면과 표면 거칠기, 단면관찰 및 코

Table 1. Parameter of Ion Bombardment and Sputter Deposition condition

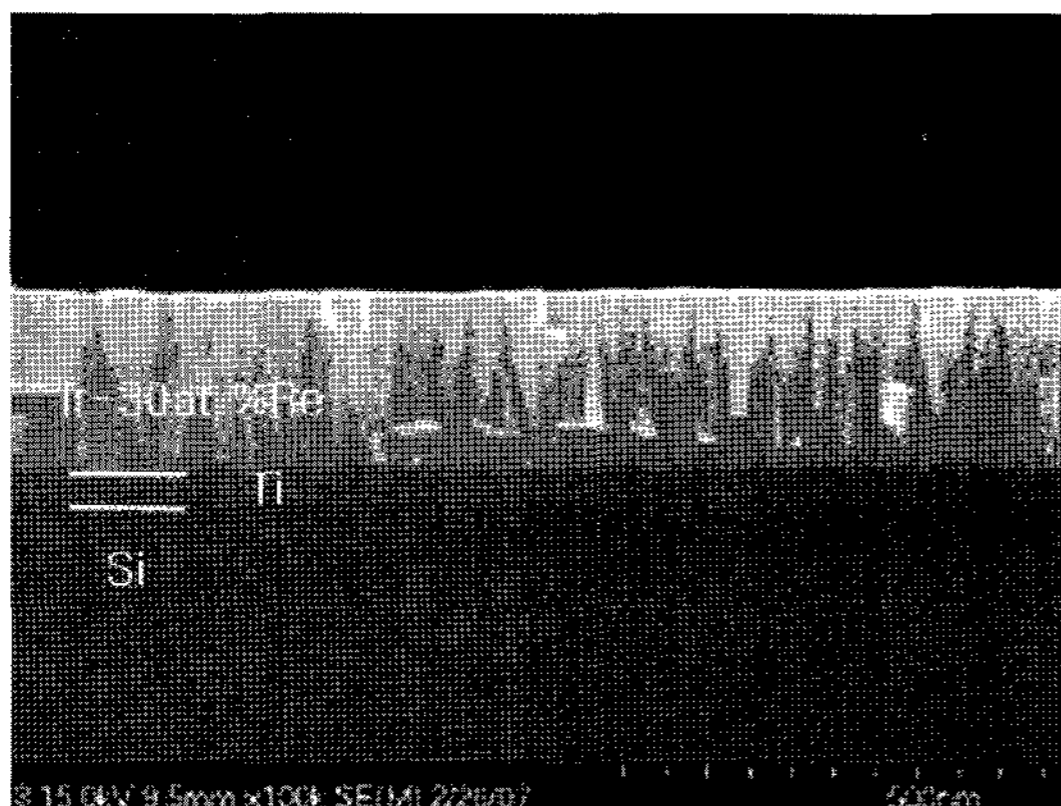
Deposition Parameter	Value
Deposition method	Unbalanced DC Magnetron Sputtering
Target	Ti, Ir-Re alloy(∅: 4inch, t: 6)
Substrate	Si(100) wafer, WC(∅: 10, t: 3)
Working pressure	$1.0 \times 10^{-3}$ torr
Gas rate(Ar)	10 sccm
Target power	200 W
Deposition temperature	300°C
Target to Substrate distance	380 mm
Substrate bias voltage	-80, -100, -150 V (alternative)
Jig rotation	5 rpm

팅층의 두께를 측정하였다. 증착된 박막의 기계적 물성을 평가하기 위해 Nano indenter(Nano indenter XP, MTS systems) 장비를 이용하여 경도를 측정하였고 Scratch tester(Revetest, CSM instrument) 장비를 이용하여 박막층의 접착력을 임계하중값(critical load: Lc)으로 측정하였다.

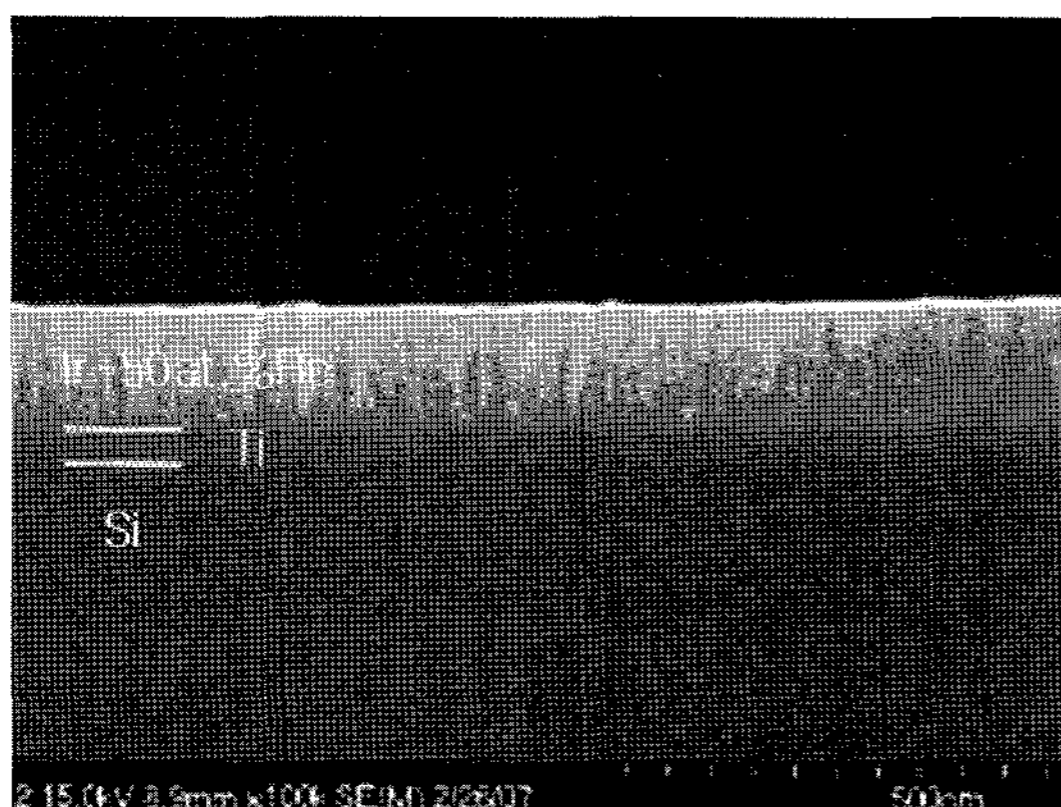
### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1 박막의 미세조직

그림 3은 타겟 조성에 따른 코팅층의 성장두께와 결정조직을 분석하기 위해 코팅층의 단면부를 SEM으로 관찰한 사진이다. 공정순서는 Ar ion bombardment 실시 후 Interlayer 증착, Top layer 증착 순으로 하였다. Interlayer인 Ti 층은 50 nm로 동일하였고 Top layer인 Ir-Re층의 두께는 Ir-30at.%Re의 경우 200 nm, Ir-50at.%Re의 경우 150 nm로 Ir-30at.%Re의 증착속도가 더 빠름을 알 수 있었다. 이는 Ir과 Re의 이온화율의 차이에 기인하는 것으로 사료된다. 또한 박막이 매우 치밀하게 발달된 주상입자로 형성되었음을 알 수 있었는데 이는 Thornton의 박



(a)



(b)

Fig. 3. Cross sectional SEM images of Ti/Ir-Re thin films on Si substrate for (a) Ir-30at.%Re, (b) Ir-50at.%Re.

막모델에서 흡착원자의 표면 확산에 의해 지배되는 영역인 Zone 2 Structure에 해당됨을 알 수 있다<sup>7)</sup>.

그림 4는 각 시편의 표면 거칠기 시험결과로 코팅전의 시료인 Si(100)는 표면조도(Ra) 값이 0.68 nm에서 코팅 후 Ir-30at.%Re 박막의 경우 4.2 nm, Ir-

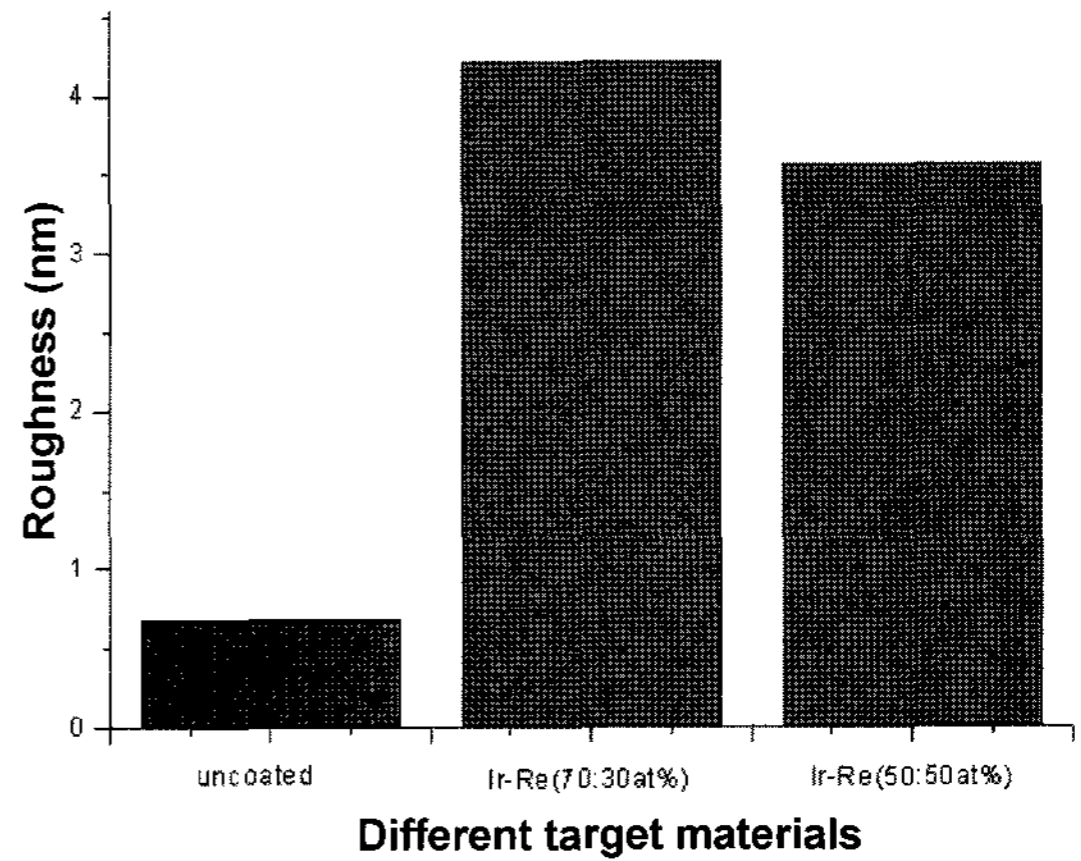
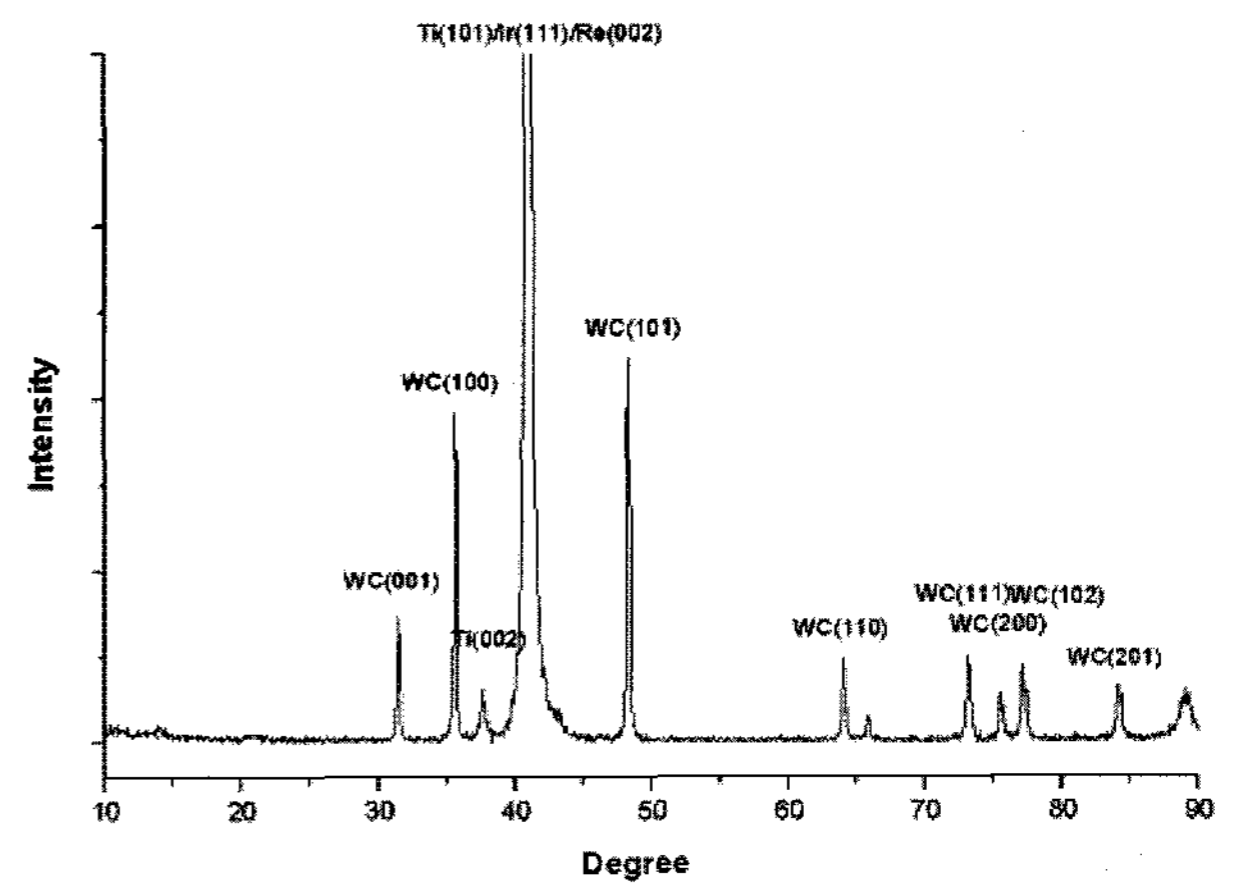
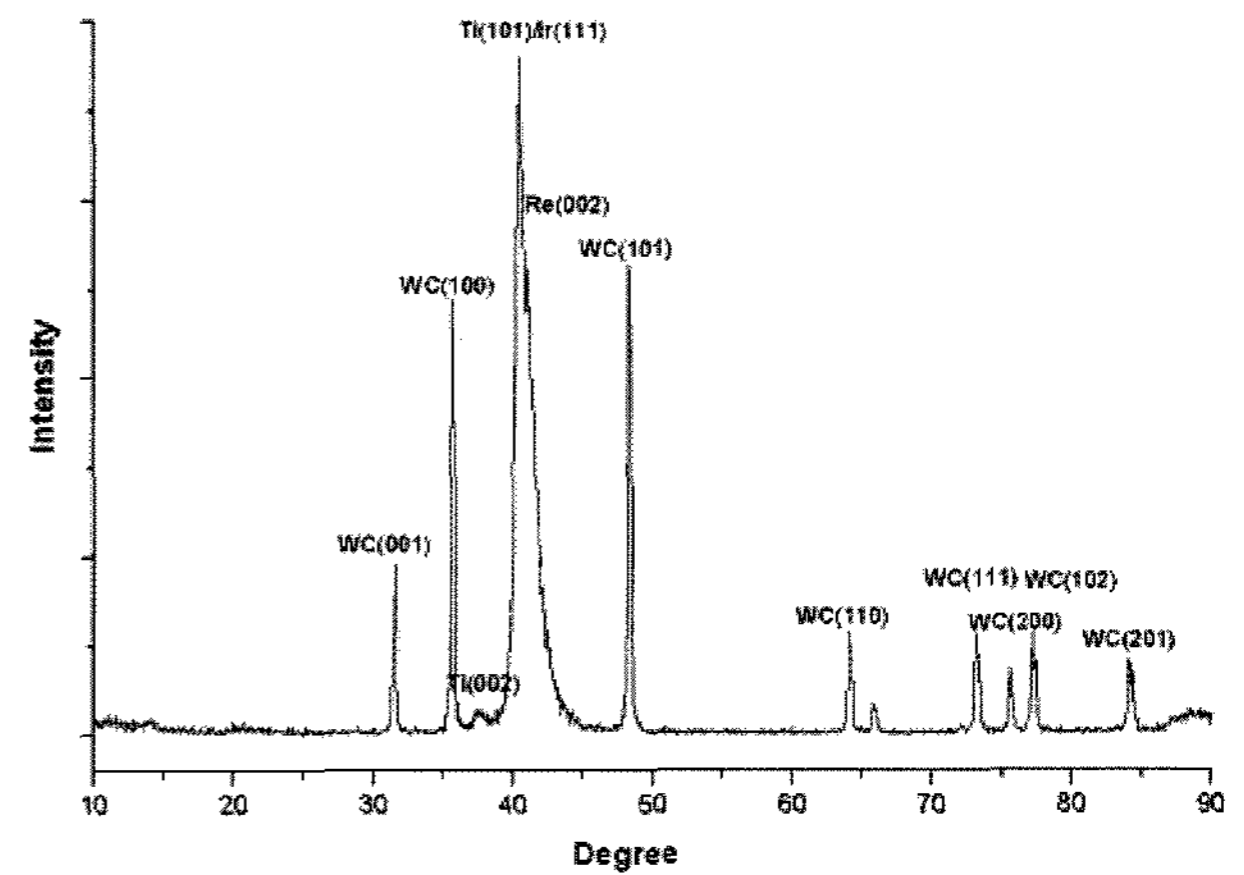


Fig. 4. Surface roughness of Ir-Re thin films on Si substrate measured by AFM.



(a)



(b)

Fig. 5. X-ray diffraction patterns of Ir-Re thin films coated on WC substrate by ion beam assisted DC magnetron sputtering for (a) Ir-30at.%Re, (b) Ir-50at.%Re.



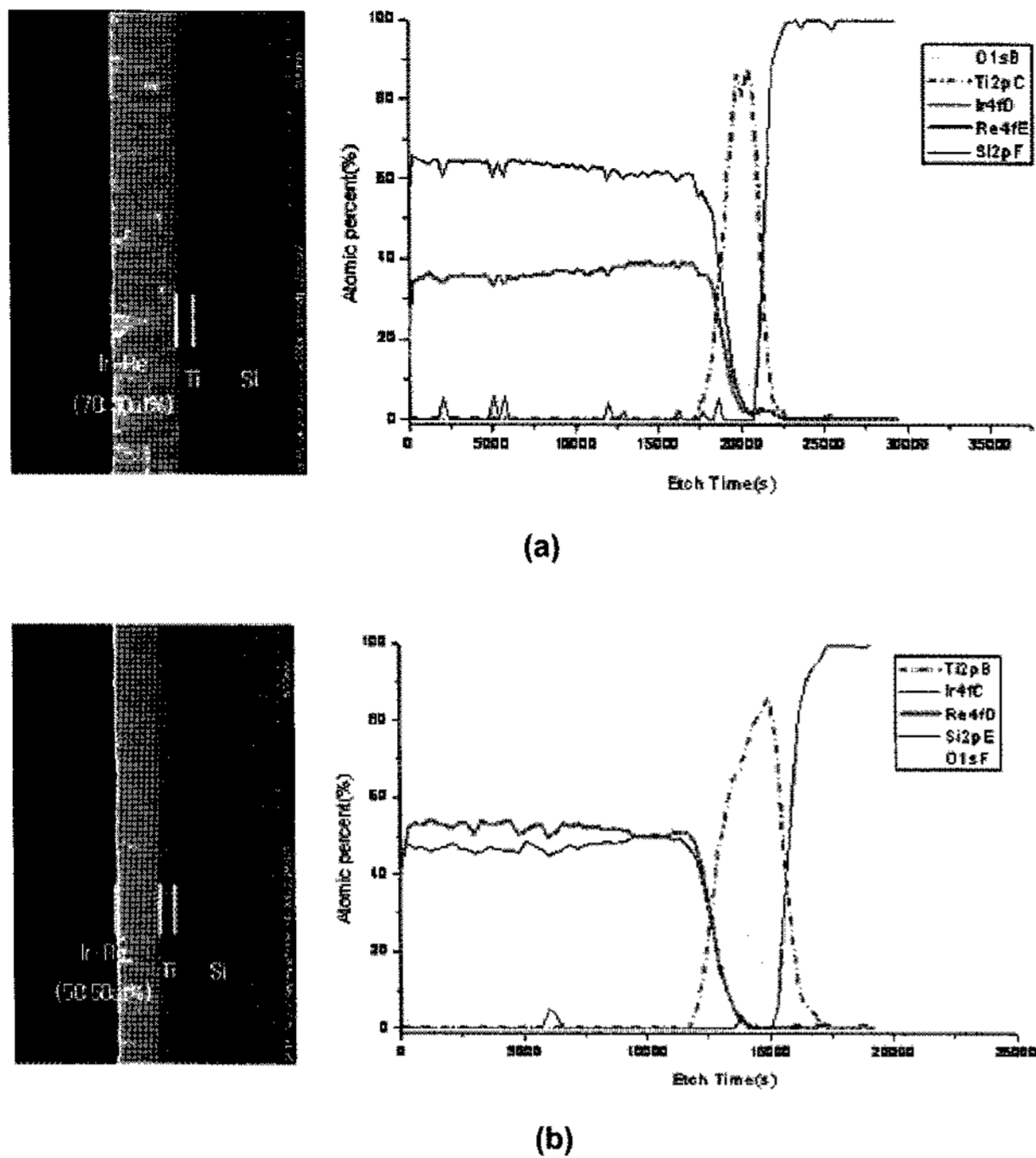


Fig. 6. ESCA depth profiles Ir-Re thin films coated on Si substrate by ion beam assisted DC magnetron sputtering for (a) Ti/Ir-30at.%Re, (b) Ti/Ir-50at.%Re.

50at.%Re 박막의 경우 3.6 nm로 표면조도(Ra) 값이 증가하였다.

그림 5는 Ir-30at.%Re과 Ir-50at.%Re 박막층의 X선 회절 패턴 분석결과를 나타내었다. 일반적으로 진공 증착된 박막들은 대부분 강한 우선방위 (Preferred orientation)를 갖고 있다. 이 실험에서는 Interlayer인 Ti의 우선성장 면은(101), Top layer인 Ir과 Re는 각각 (111), (002)면의 방향을 가짐을 알 수 있었다. 또한 각 시편에서 회절피크의 반가폭이 비교적 넓게 나타나는데 이는 박막에서 나타나는 전형적인 양상으로 증착 시 발생하는 결함, 미세응력, 미세결정립 때문이라고 알려져 있다<sup>8)</sup>.

그림 6은 Si 기판위에 증착된 Ir-30at.%Re과 Ir-50at.%Re 박막층의 SEM image와 ESCA depth profiles 결과이다. 일반적으로 스퍼터 증착은 진공 증착과는 달리 타겟의 조성과 박막의 조성이 매우 유사하게 나타나는 특징이 있는데, 실험결과 증착된 Top layer의 조성은 타겟의 성분 비율이 7:3으로 동일함을 확인할 수 있었다. 또한 SEM image에서는 구별할 수 없었지만 ESCA depth profiles에서 Top layer 성분인 Ir-Re 와 Interlayer 성분인 Ti가 교차하면서 Mixing layer가 존재함을 알 수 있었다.

### 3.2 박막의 기계적 물성 평가

#### 3.2.1 박막의 경도

그림 7은 Ir-30at.%Re과 Ir-50at.%Re 코팅 시편의

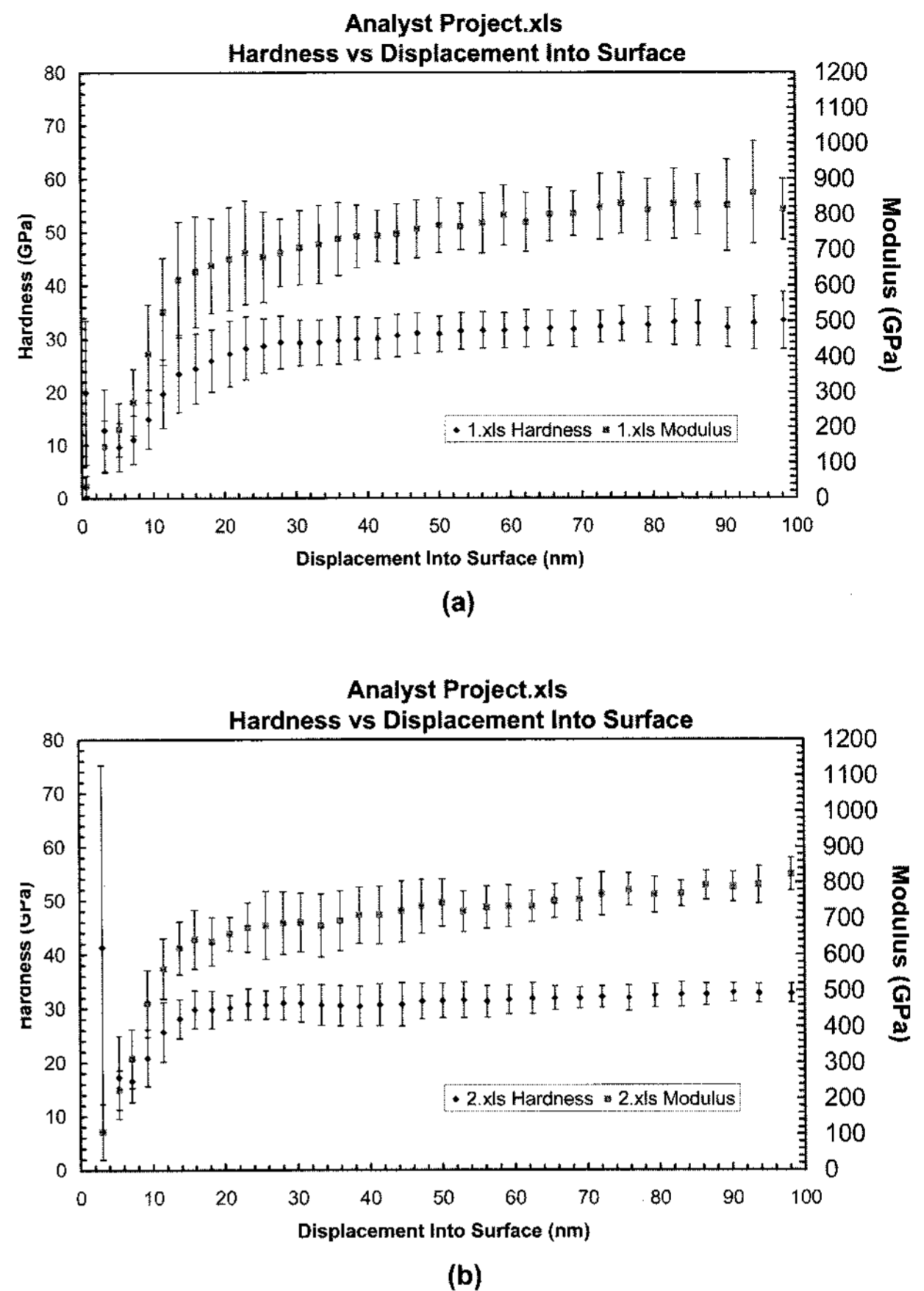
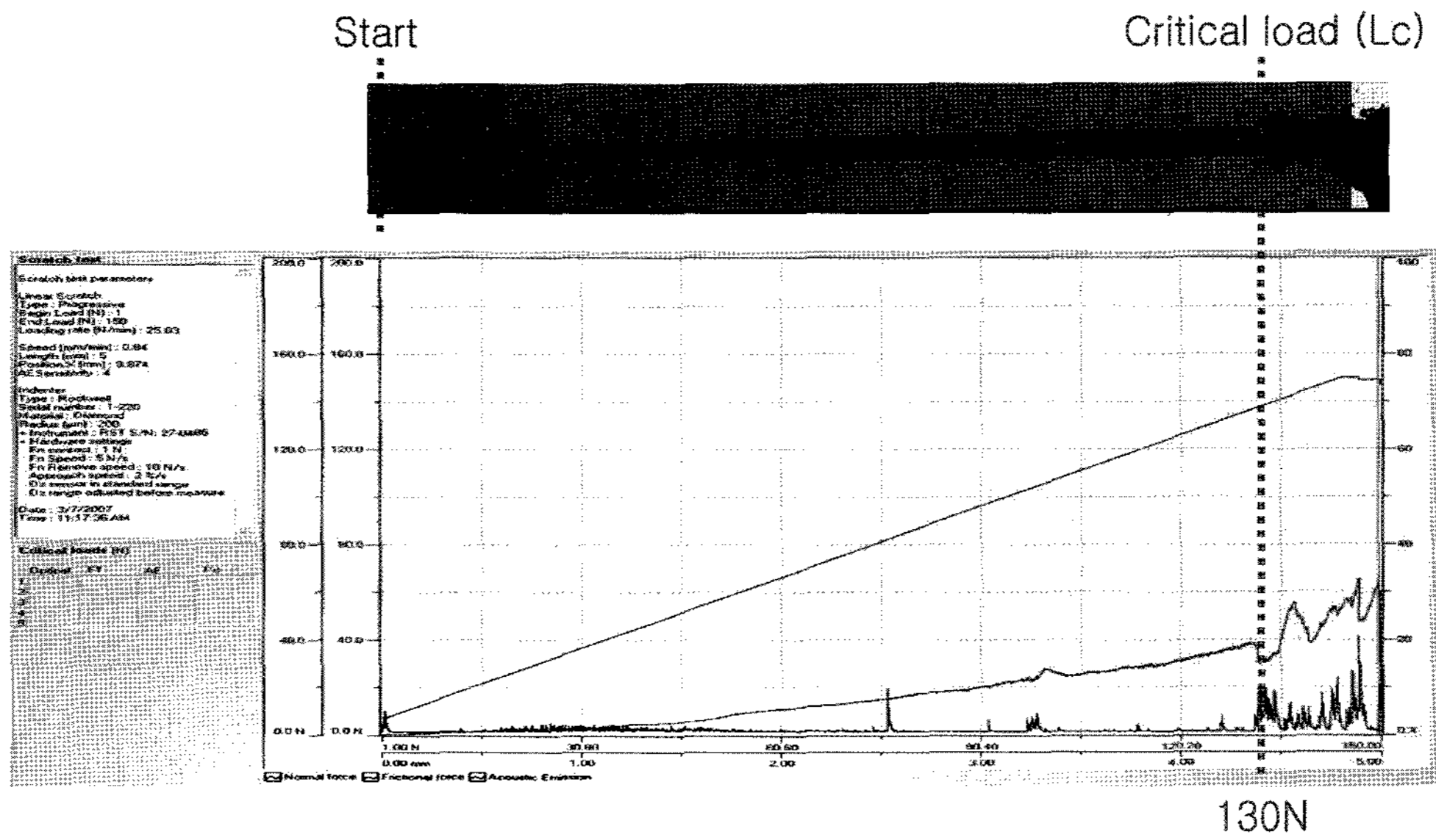


Fig. 7. Surface hardness and modulus of Ir-Re thin films on WC substrate as function of displacement for (a) Ir-30at.%Re, (b) Ir-50at.%Re.

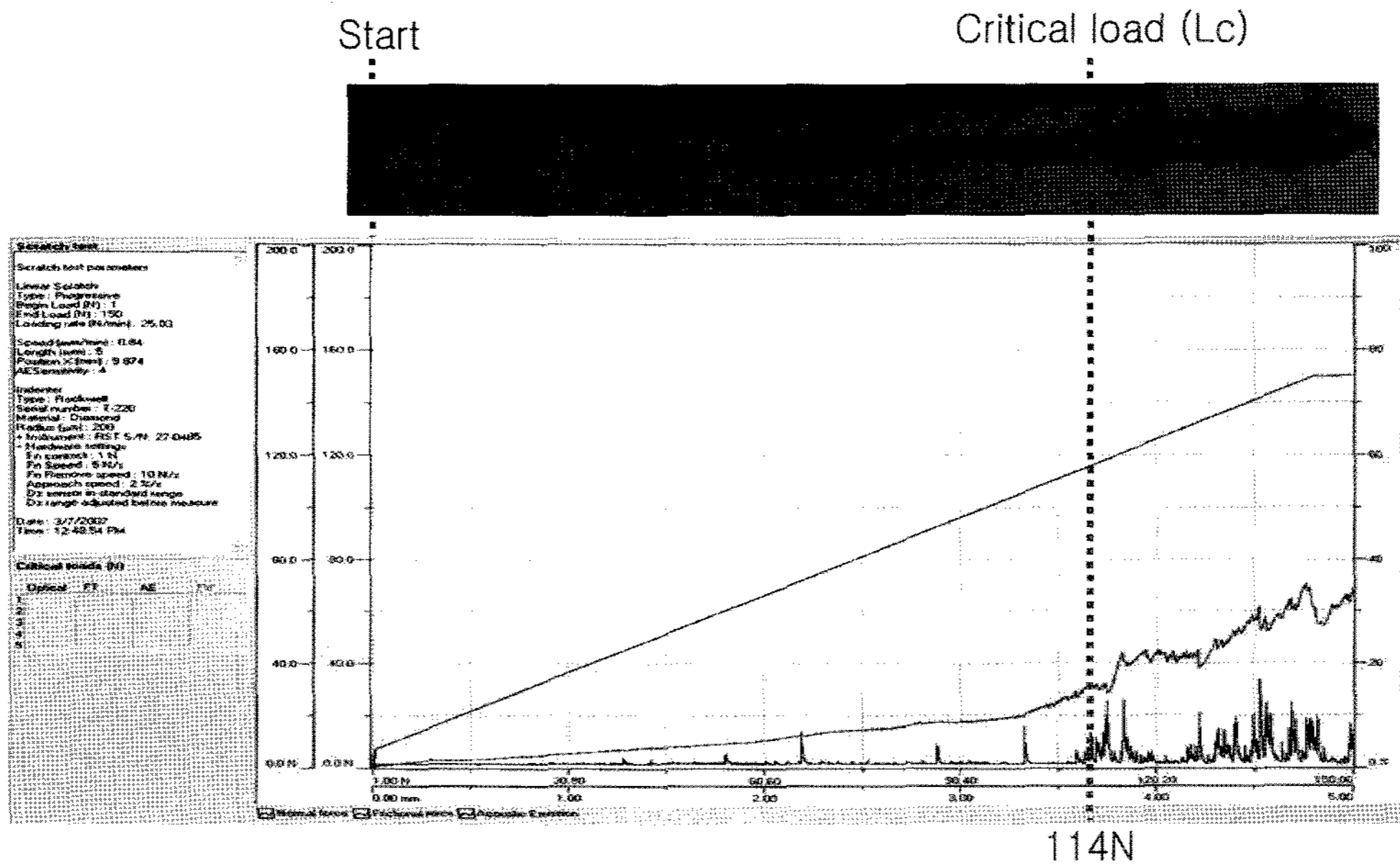
경도와 Modulus 값을 Nano indenter 장비를 이용하여 표면으로부터 100 nm 깊이까지 이동하면서 측정된 결과이다. Ir-30at.%Re은 평균 35 GPa의 값을 가지며, Ir-50at.%Re은 평균 32 GPa로 Ir-30at.%Re의 코팅층이 더 우수한 경도 값으로 측정되었다. 초기 표면의 낮은 경도값은 코팅층 위의 산화막에 의한 영향으로 사료되며 20 nm 거리에서부터는 각 경도와 Modulus 값들이 일정한 값으로 수렴되어 간다. 일반적으로 조직이 치밀하고 결정립이 미세할수록 경도가 증가하는데, 우선방위, 잔류응력, 결정 결함 및 불순물의 혼입 등에 의해서 증착막의 경도가 영향을 받는다.

#### 3.2.2 박막의 접착력

박막의 접착력에 영향을 주는 인자들에는 박막 및 기판의 화학조성 및 구조, 박막과 기판의 반응성, 기판의 표면 거칠기, 박막의 잔류 응력 등과 같은 내부인자와 하중, 온도, 습도, 부식환경 등의 외부인자가 있다. 박막의 접착력을 측정하는 방법은 여러 가지가 있으며, 각기 그 장단점을 가지고 있다. 그러나 대부분의 방법은 밀착력이 작은 코팅에



(a)



(b)

Fig. 8. Critical load (Lc) and scratch track of Ir-Re thin films on WC substrate measured by scratch test for (a) Ir-30at.%, (b) Ir-50at.%Re.

대해서는 효과적이거나 밀착력이 큰 코팅에 대해서는 그 측정이 어려움이 많다. 근래에 들어 Scratch test 방법에 대한 관심이 높아지고 있으며, 고경도 내마모 코팅에 대한 많은 연구에서 적용되고 있다<sup>9)</sup>.

그림 8는 Scratch test 장비로 측정한 임계하중(Lc) 값과 광학현미경 사진이다. 임계하중 값은 Scratch track에서 박막층이 Spalling되는 부분과 Acoustic emission peak를 비교하여 결정한다. 그림에서 볼 수 있는 바와 같이 Ir-30at.%Re 박막의 임계하중 값은 130 N, Ir-50at.%Re 박막의 임계하중 값은 114 N으로 나타났다. Scratch test결과값은 모재에 따라

값이 달라지므로 위의 결과는 두 시편의 상대적 평가가 의미있을 것으로 사료된다. 비구면 렌즈 유리 성형용 WC 합금의 Ir-Re 박막의 접착강도는 Ir-30at.%Re의 경우가 Ir-50at.%Re 보다 상대적으로 높은 결과 값을 나타내었다.

#### 4. 결 론

1. SEM으로 코팅층의 단면을 관찰한 결과 두 시편 모두 조밀한 주상정 조직을 이루고 있으며 Ir-Re 구성에 따른 미세조직상의 상이함은 관찰할 수

없었다. 동일한 박막제조공정에서 Ir-30at.%Re 박막의 성장속도가 더 빠르게 나타났다.

2. Nano indenter 측정 결과 Ir-30at.%Re 박막의 경우 35 Gpa, Ir-50at.%Re 박막의 경우 32 Gpa로 Ir-30at.%Re 박막이 보다 높은 경도 값을 나타내었다.

3. Scratch test 결과 Ir-50at.%Re 박막의 경우 임계하중 값은 130 N, Ir-30at.%Re 박막은 114 N을 나타내었는 바, Ir-30at.%Re 박막이 상대적으로 높은 접착강도를 나타내었다.

## 후 기

본 연구는 교육과학기술부와 한국산업기술재단의 2006지역혁신인력양성사업(GJ-06-1-029)으로 수행된 연구결과이며, 이에 감사 드립니다.

## 참고문헌

1. H. Suzuki, S. Kodera, S. Maekawa, N. Morita, E.

- Sakurai, K. Tanaka, H. Takada, T. Kuriyagawa, K. Syoji, J. Japan Soc, Prec. Engg., 62(4), (1998) 619.
2. S. S. Kim, H. U. Kim, S. H. Jeong, H. H. Kim, J. H. Kim, J. of KIEEME (in Korean), 19(4) (2006) 386.
3. M. J. Chen, D. Li, S. Dong, Journal of Materials Processing Technology, 129 (2002) 91-95.
4. H. U. Kim, S. H. Jeong, Y. P. Park, S. S. Kim, H. H. Kim, J. H. Kim, J. of KIEEME (in Korean), 19(11) (2006) 1050.
5. H. U. Kim, S. H. Jeong, H. J Kim, J. H Kim, Key Engineering Materials, 345 (2007) 1577.
6. H. U. Kim, S. S. Kim, H. J Kim, J. H Kim, J. of KIEEME(in Korean), 20(9) (2007) 808.
7. William D. Westwood, Sputter Deposition, p.136-141, AVS New York.
8. Y. I. Chen, J. G. Duh, Surf. Coat. Technol., 46 (1991) 371.
9. J. Stallard, S. Poulat, D. G. Teer, Tribology International, 39 (2006) 159-166.