

## 다결정 다이아몬드 컴팩트(PDC)의 미세조직 및 내마모 특성에 미치는 초기 성형 압력의 영향

김지원 · 박희섭<sup>a</sup> · 조진현<sup>a</sup> · 이기안\*  
국립 안동대학교 신소재공학부, <sup>a</sup>일진다이아몬드(주)

### Effect of Molding Pressure on the Microstructure and Wear Resistance Property of Polycrystalline Diamond Compact

Ji-Won Kim, Hee-Sub Park<sup>a</sup>, Jin-Hyeon Cho<sup>a</sup>, and Kee-Ahn Lee\*

School of Advanced Materials Engineering, Andong National University, Andong 760-749, Korea

<sup>a</sup>ILJIN Diamond Co., Eumsung 369-824, Korea

(Received June 15, 2015; Revised June 19, 2015; Accepted June 22, 2015)

**Abstract** This study investigated the microstructure and wear resistance property of HPHT(high pressure high temperature) sintered PDC(polycrystalline diamond compact) in accordance with initial molding pressure. After quantifying an identical amount of diamond powder, the powder was inserted in top of WC-Co sintered material, and molded under four different pressure conditions (50, 100, 150, 200 kgf/cm<sup>2</sup>). The obtained diamond compact underwent sintering in high pressure, high temperature conditions. In the case of the 50 kgf/cm<sup>2</sup> initial molding pressure condition, cracks were formed on the surface of PDC. On the other hand, PDCs obtained from 100~200 kgf/cm<sup>2</sup> initial molding pressure conditions showed a meticulous structure. As molding pressure increased, low Co composition within PDC was detected. A wear resistance test was performed on the PDC, and the 200 kgf/cm<sup>2</sup> condition PDC showed the highest wear resistance property.

**Keywords:** Polycrystalline diamond, HPHT sintering, Molding pressure, Wear resistance

### 1. 서 론

다결정 다이아몬드 컴팩트(polycrystalline diamond compact, PDC)는 초경 합금층 위에 다결정 다이아몬드(polycrystalline diamond, PCD) 층이 덮여 있는 이중 소결체이다. 다결정 다이아몬드 컴팩트는 매우 높은 경도와 우수한 인장 및 압축 강도, 우수한 내마모성 특성을 가지고 있어 각종 절삭 공구 소재로 활용되고 있으며 최근에는 석유·가스 시추 시 드릴링 소재로 널리 사용되고 있다[1-3].

다결정 다이아몬드 컴팩트는 다이아몬드가 안정화되는 1400°C 이상, 50,986 kgf/cm<sup>2</sup> (5 GPa) 이상의 초고온고압(high pressure high temperature, HPHT) 조건의 소결 공정 에 의해 제조될 수 있다[4, 5]. 이때 초경 합금층으로부터

침출되어 올라오는 금속 바인더에 의해 다이아몬드와 다이아몬드 입자간의 직접 결합이 유도되고 소결이 촉진된다[6, 7]. 일반적으로 기저 소재인 초경 합금으로는 WC-Co가 사용되며 침출되어 올라오는 금속 바인더는 Co, Ni, Fe, Cu, W 등이 활용될 수 있다. 그러나 소결체 내에 금속 바인더의 함량이 높아지게 되면 상대적인 다이아몬드 함량이 저하되고[8] 이에 다결정 다이아몬드 컴팩트의 경도 및 내마모 특성이 떨어져 수명이 줄어들 수 있다.

최근 점차 가혹한 조건에서 실시되는 지반 시추 작업 환경에 따라 작업 시간당 시추 비용이 증가하고 있다. 이에 기존 공구 소재보다 더 단단하고 수명이 길며 내마모성 및 내충격성이 높은 고품질의 다결정 다이아몬드 컴팩트 제조를 위한 연구가 지속적으로 진행 중이다[9-11]. 우수

\*Corresponding Author: Kee-Ahn Lee, TEL: +82-54-820-5126, FAX: +82-54-820-6126, E-mail: keeahn@andong.ac.kr

한 다결정 다이아몬드 컴팩트를 제조하기 위해서는 다결정 다이아몬드 컴팩트(PDC) 제조 공정에 따른 미세조직 및 물성에 대한 연구가 필수적으로 수행되어야 하나, 현재까지 이와 관련해서는 초고온고압(HPHT) 공정 조건에 따른 물성 값만 부분적으로 보고되고 있는 실정이다[7, 8]. 특히 초고온고압 공정의 전 단계로 수행되는 초기 성형 공정에 따른 미세조직 및 물성에 대한 연구는 거의 제시된 바 없다.

본 연구에서는 다결정 다이아몬드 컴팩트(PDC) 제조 시 초고온고압 공정(HPHT)의 전 공정인 초기 성형 공정을 실시하였다. 이후 이 시편들에 대하여 초고온고압 소결 공정을 수행하고 다결정 다이아몬드 컴팩트의 미세조직 및 내마모 특성에 미치는 초기 성형 압력의 영향에 대하여 조사하였다.

## 2. 실험방법

본 연구에서 사용된 다이아몬드 분말은 각진 입자 모양의 8~16  $\mu\text{m}$ 의 크기를 가지는 공업용 합성 분말(일진 다이아몬드(주) 제조)로서 그 형상을 그림 1(a)에 나타내었다. 초고온고압 소결을 하기 전 전처리 공정으로 먼저 가압 성형을 실시하였으며 이때 그림 1(b)에 제시한 성형 압력 가압 장치(oil-hydraulic press)를 사용하였다. 다이아몬드 분말 1.0 g을 초경 합금 소재인 WC-12 wt.%Co위에 장입한 후 가압 성형을 수행하였다. 성형 압력에 따른 다결정 다이아몬드 컴팩트의 특성을 알아보기 위하여 50, 100, 150, 200  $\text{kgf/cm}^2$ 의 네 가지 성형 압력 조건으로 시편을 제작하였다. 이 후 제조된 초기 성형 시편의 두께를 측정함으로써 초기 다이아몬드 성형체의 밀도를 계산하였다. 상기 제조된 초기 성형체들에 대하여 cubic press 타입의 초고압 발생 장치를 사용하여 61,183  $\text{kgf/cm}^2$  (6 GPa)의 압력이 가해진 상태에서 1500°C의 온도가 도달되도록 제

어하고 15분 동안 소결을 진행하여 최종 다결정 다이아몬드 컴팩트를 제조하였다.

제조된 다결정 다이아몬드 컴팩트는 wire-electric discharge machining 기기를 이용하여 절단 후 표면을 연마하고 SEM(scanning electron microscope, TESCAN, VEGA LMU)과 EDS(energy dispersive X-ray spectroscopy)를 사용하여 미세조직 관찰 및 상분석을 수행하였다. 또한 다결정 다이아몬드 컴팩트의 내마모 특성을 평가하기 위해 수직 선반(vertical turning lathe, VTL)을 사용한 절삭 실험을 실시하였다. 수직 선반 실험은 다결정 다이아몬드 컴팩트가 피삭재를 절삭하는 방법(실제 드릴링 환경과 유사한 조건)으로 진행하였다. 이 때 피삭재를 일정한 속도로 회전시키고 다결정 다이아몬드 컴팩트를 고정시켜 일정 절입량, 이송량, 절삭 거리 하에서 각각의 파손된 다결정 다이아몬드 컴팩트의 부피를 측정, 비교하여 다이아몬드의 내마모 성능 시험을 수행하였다. 피삭재로는 화강암을 사용하였으며 화강암의 절삭 속도는 101 m/min., 다결정 다이아몬드 컴팩트의 이송 속도는 6.5 mm/rev., 절입량은 0.254 mm로 습식 조건에서 진행하였다.

## 3. 결과 및 고찰

성형 압력에 따른 다결정 다이아몬드 초기 성형 시편의 상대 밀도 값을 그림 2에 나타내었다. 50  $\text{kgf/cm}^2$ 의 성형 압력을 가한 경우 초기 성형 시편의 높이가 3.7 mm로 얻어졌으며, 100  $\text{kgf/cm}^2$ 의 경우 2.54 mm, 150  $\text{kgf/cm}^2$ 는 2.04 mm, 200  $\text{kgf/cm}^2$ 는 2.00 mm로 측정되었다. 성형 압력이 증가할수록 다결정 다이아몬드 초기 성형층의 높이가 감소되었다. 즉 성형 압력이 50~200  $\text{kgf/cm}^2$  범위로 증가함에 따라 초기 성형 시편의 이론 밀도(3.52  $\text{g/cm}^3$ ) 대비 상대 밀도가 30.9%에서 56.8%까지 증가하였다. 한편 낮은 성형 압력의 범위에서는 압력 증가에 따른 성형 밀

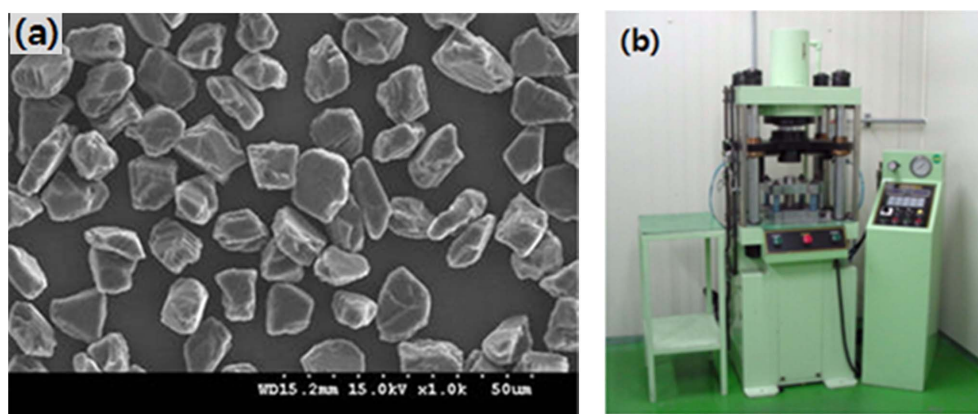
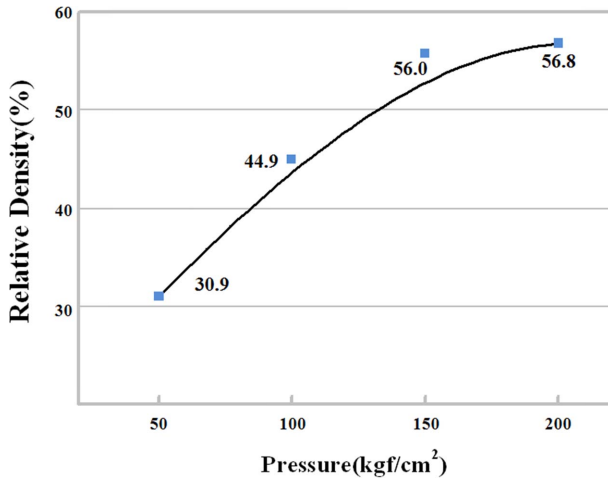


Fig. 1. (a) Morphology of diamond particles and (b) molding pressure equipment used in this study.



**Fig. 2. Measurement results of the relative density of mold-pressed diamond specimens.**

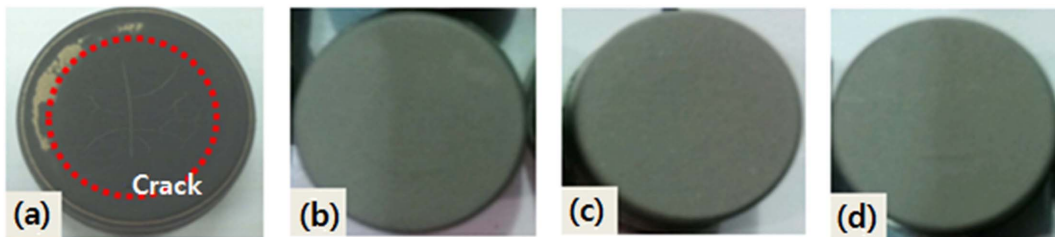
도의 증가 폭이 급격하였지만, 150 kgf/cm<sup>2</sup> 이상의 높은 초기 성형 압력 조건에서는 성형 밀도 증가 폭이 둔화되어 나타났다. 초기 성형체의 상대 밀도가 증가하는 이유는 분말을 일축 가압함으로써 분말 입자 사이의 공간으로 다이아몬드 분말들이 서로 이동하고 입자의 재배열이 나타나 치밀화(충진 효율 증가) 되기 때문으로 이해될 수 있다.

그림 3은 상기의 초기 성형체에 대하여 추가적인 초고온고압 소결 공정을 수행한 후 제조된 다결정 다이아몬드 컴팩트들의 표면 상태를 보여주는 사진이다. 초기 성형 압력 조건이 50 kgf/cm<sup>2</sup>이었던 최종 다결정 다이아몬드 컴팩트의 경우(a)는 표면에 균열(crack)이 쉽게 관찰되었다.

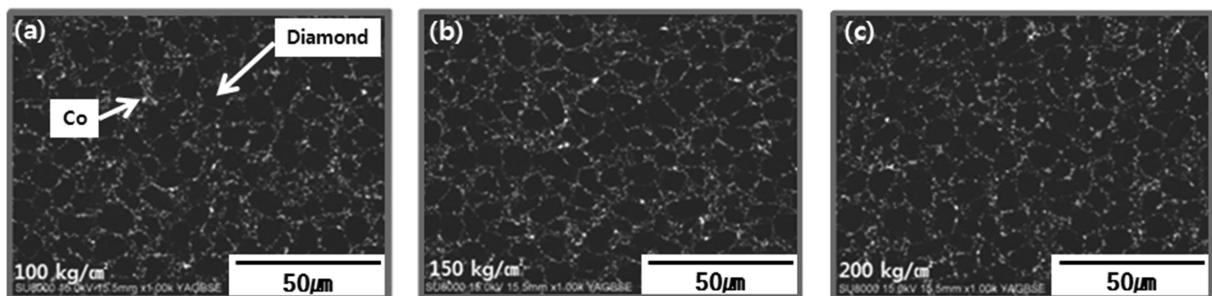
그러나 100~200 kgf/cm<sup>2</sup>의 초기 성형 압력의 경우에는 제조된 최종 다결정 다이아몬드 컴팩트에서 균열이 발생되지 않았다. 이는 저압의 초기 성형 과정을 거쳤을 경우는 고압에 비하여 입자의 재배열이 활발히 일어나지 않고 입자의 접촉점끼리 서로 결합하는 효과가 크지 않아 내부 공극이 과도하게 남아있기 때문이다[12]. 이 경우 이어지는 초고온고압의 소결 과정에서 다이아몬드-다이아몬드 입자 간에 결합이 충분히 일어나기 어렵고 결과적으로 균열들이 쉽게 발생하는 것으로 사료된다.

초기 성형 압력 50 kgf/cm<sup>2</sup>조건(균열이 발생한)을 제외한 다른 압력 조건들에서의 최종(초고온고압의 소결을 수행한) 다이아몬드 컴팩트 미세조직을 그림 4에 나타내었다. 초고온고압 소결된 다결정 다이아몬드 컴팩트는 다이아몬드 기지 내에 초경 합금에서부터 침출되어 올라온 금속 원소들(흰색, Co 및 W)이 분산되어 있었다. (a) 100 kgf/cm<sup>2</sup>의 낮은 초기 성형 압력을 가한 최종 다결정 다이아몬드 컴팩트는 금속 원소 부위(Co 및 W)가 응집되어 있고 상대적으로 넓고 불균일하게 관찰되었다. 이에 반하여 (b) 150 kgf/cm<sup>2</sup>, (c) 200 kgf/cm<sup>2</sup>의 성형 압력을 가한 다결정 다이아몬드 컴팩트는 (a)에 비해 금속 바인더 부위가 작고 고르게 분포되어 있었다. 이와 함께 초기 성형 압력이 높아질수록 최종 다결정 다이아몬드에서 인접 다이아몬드 입자들끼리 맞닿아 소결된 다이아몬드-다이아몬드 직접 결합 부위가 더 많아지는 것을 알 수 있었다.

그림 4에서 관찰한 다이아몬드 컴팩트에서 다이아몬드 기지 사이의 금속 원소 함량을 정량적으로 알아보고자



**Fig. 3. Surface observation results of HPHT sintered polycrystalline diamond compacts having different molding pressure conditions; (a) 50 kgf/cm<sup>2</sup>, (b) 100 kgf/cm<sup>2</sup>, (c) 150 kgf/cm<sup>2</sup>, and (d) 200 kgf/cm<sup>2</sup>.**



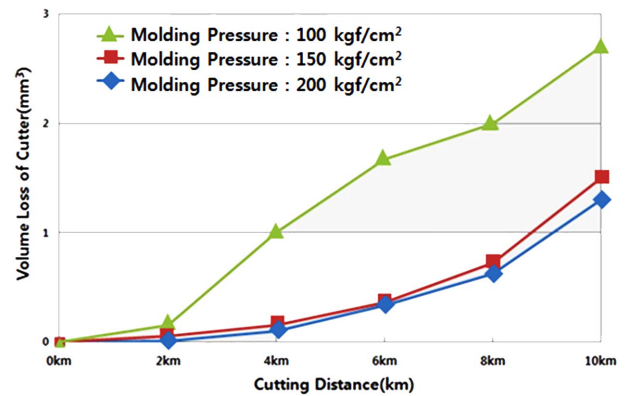
**Fig. 4. Microstructures of HPHT sintered polycrystalline diamond compacts having different molding pressure conditions; (a) 100 kgf/cm<sup>2</sup>, (b) 150 kgf/cm<sup>2</sup>, and (c) 200 kgf/cm<sup>2</sup>.**

**Table 1. EDS analysis results of HPHT sintered polycrystalline diamond compacts having different molding pressure conditions**

Molding Pressure (kgf/cm <sup>2</sup> )	C (at.%)	Co (at.%)	W (at.%)
100	90.4	8.0	1.6
150	91.5	6.8	1.7
200	91.8	6.7	1.5

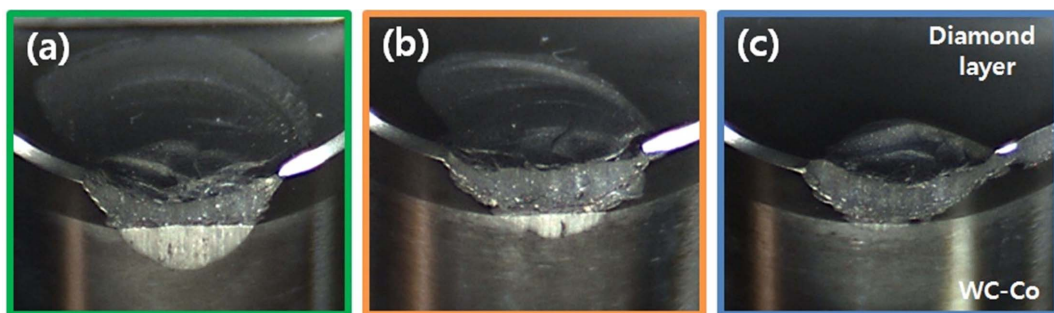
EDS분석을 수행하였으며, 그 결과를 표 1에 나타내었다. 다결정 다이아몬드 콤팩트 내의 Co 성분 분율(at.%)은 초기 성형 압력이 낮은 100 kgf/cm<sup>2</sup>의 경우에는 7.96%, 150 kgf/cm<sup>2</sup>의 경우에는 6.74%, 200 kgf/cm<sup>2</sup>의 경우에는 6.68%로 얻어졌다. 성형 압력이 증가함에 따라 Co 함량이 소폭 감소함을 알 수 있었다. W원소의 경우도 그 성분 함유량은 Co에 비하여 현저히 적으나 분율이 초기 성형 압력이 증가함에 따라 점차 감소하는 경향은 유사하게 나타났다. 또한 다결정 다이아몬드 콤팩트에서 검출되는 C의 성분 분율(다이아몬드를 구성하는)은 초기 성형 압력이 증가함에 따라 점차적으로 증가하였다. 일반적으로 초고온 고압의 소결 공정 중에 Co등 금속 원소는 녹는점 이상의 온도에서 액상으로 바뀌고 다이아몬드 입자 사이의 빈 공간으로 침투(침출)하는 것으로 알려져 있다. 본 연구 결과에서 초기 성형 압력이 높아질수록 초기 성형체가 치밀화되어 간격이 좁아지고 뒤이은 초고온고압 소결 도중에 다이아몬드 층으로 침출되어 올라오는 Co등 금속 바인더의 양이 적어지는 것으로 사료된다. 또한 초기 성형 압력이 높아짐에 따라 분포하는 금속 원소들이 작고 고르게 분포하게 되며 결과적으로 다이아몬드-다이아몬드의 직접 결합의 분율을 높아지는 것으로 생각된다.

제조된 다결정 다이아몬드 콤팩트에 대한 수직 선반(vertical turning lathe, VTL) 마모 실험 결과를 그림 5에 나타내었다. 초기 성형 압력에 따른 세 가지 다결정 다이아몬드 콤팩트들 모두 화강암 절삭 길이가 길어질수록 다이아몬드 층에서 마모되는 부피의 양이 증가하였다. 여기



**Fig. 5. VTL wear test results of HPHT sintered polycrystalline diamond compacts.**

에서 초기 성형 압력이 증가할수록 다결정 다이아몬드의 마모된 부피 양이 감소하고 우수한 내마모 특성을 나타내었다. 초기 절삭 길이가 2 km에 이를 때까지는 세 가지 다결정 다이아몬드 콤팩트의 마모 부피 양은 크게 차이를 나타내지 않았으나 절삭 길이가 4 km조건에서부터 초기 성형 압력 100 kgf/cm<sup>2</sup> (낮은 압력)이었던 최종 다결정 다이아몬드에서 마모 부피가 급격히 증가하였다. 이에 반해 초기 성형 압력이 높은 150 kgf/cm<sup>2</sup>, 200 kgf/cm<sup>2</sup>조건의 다결정 다이아몬드 콤팩트들의 경우에는 낮은 기울기를 보이며 상대적으로 조금씩 마모 부피가 증가하였다. 그 결과 성형 압력이 가장 높은 200 kgf/cm<sup>2</sup>의 다결정 다이아몬드에서 가장 우수한 내마모 특성을 얻을 수 있었다. M. Yahiaoui 등[13]과 F. Bellin 등[14]은 다결정 다이아몬드 내부에 존재하는 Co금속 바인더는 다이아몬드보다 열팽창 계수가 높아 마모 시 발생하는 마찰열에 의해 먼저 팽창하게 되고 이에 따라 다결정 다이아몬드의 미세-파괴를 유발한다고 보고한 바 있다. 본 연구에서 높은 초기 성형 압력을 가한 다결정 다이아몬드 콤팩트의 경우 기지 내에 낮은 Co 함량을 가지게 되고(표 1, 그림 4) 이에 따라 내마모 특성 저하가 상대적으로 작을 것으로 유추된다. 이와 함께 그림 4의 미세조직에서도 결과에서도 알 수 있듯이



**Fig. 6. Surface observation results of wear specimens of HPHT sintered polycrystalline diamond compacts having different molding pressure conditions; (a) 100 kgf/cm<sup>2</sup>, (b) 150 kgf/cm<sup>2</sup>, and (c) 200 kgf/cm<sup>2</sup>.**



높은 초기 성형 압력으로 제조된 다결정 다이아몬드 컴팩트의 경우 다이아몬드-다이아몬드간의 직접 결합 분율도 높아 더 우수한 내마모 특성을 가질 수 있는 것으로 판단된다.

그림 6은 수직선반(VTL) 실험 후 다결정 다이아몬드 컴팩트의 마모 상태를 관찰한 사진이다. 그림 5의 그래프에서도 예측할 수 있듯이 초기 성형 압력 조건이 증가할수록 다결정 다이아몬드 컴팩트의 마모 부피가 점점 줄어드는 것을 직접 확인할 수 있다. 한편 (a)100 kgf/cm<sup>2</sup>의 낮은 초기 성형 압력을 가한 다결정 다이아몬드 컴팩트의 경우 마찰된 마모면 이외에 다이아몬드 층 위쪽 표면으로부터 다이아몬드가 얇게 떨어져 나간 것을 관찰할 수 있다. 이는 마찰열이 발생하였을 때 Co등 금속 바인더와 다이아몬드의 열팽창 계수 차이에 의해 다이아몬드 사이에서 빈 공간이 생겨나고, 이후 응력 집중부를 중심으로 결합력이 약해진 다이아몬드 입자가 한꺼번에 탈락하게 되어 발생하는 것으로 사료된다. 반면에 높은 초기 성형 압력 조건의 다결정 다이아몬드 마모 시편들((b), (c))에서는 입자의 탈락이 적고 마모된 부피도 줄어들었다. 즉 초기 성형 압력이 높아질수록 다결정 다이아몬드 컴팩트의 다이아몬드-다이아몬드 입자간 결합 분율이 높아지고 Co 함량이 낮아 잘 결합된 다이아몬드에 의한 연삭 마모 부피가 감소하면서 동시에 다이아몬드 입자 탈락 현상도 적게 일어나 다결정 다이아몬드 컴팩트의 마모 수명이 오래 유지될 수 있다.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 초고온고압 소결 공정으로 제조되는 다결정 다이아몬드 컴팩트의 초기 성형 압력 변화에 따른 다결정 다이아몬드의 미세조직 및 내마모 특성에 대하여 조사하고 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 초기 성형 압력이 증가함에 따라서 초기 성형체의 상대 밀도가 증가하였다. 이 후 초고온고압 소결 공정을 통해 제조된 최종 다결정 다이아몬드 컴팩트에서 50 kgf/cm<sup>2</sup>의 초기 성형 압력을 가한 경우 표면 균열이 발생하였으나, 그 이상의 초기 성형 압력(100~200 kgf/cm<sup>2</sup>) 조건에서는 표면 균열 없는 다결정 다이아몬드를 제조할 수 있었다.

2. 제조된 다결정 다이아몬드 컴팩트의 미세조직을 관찰

한 결과, 다결정 다이아몬드 기지에 Co와 W의 금속 바인더가 분포하였다. 초기 성형 압력이 높을수록 Co의 함량은 낮게 측정되었으며 그 분포도 작고 치밀하고 나타났다. 이와 함께 초기 성형 압력이 증가함에 따라 최종 다결정 다이아몬드 컴팩트에서 다이아몬드-다이아몬드 직접 결합 분율이 증가하였다.

3. 다결정 다이아몬드 컴팩트에 대한 수직 선반 내마모 실험 결과에서 초기 성형 압력이 높을수록 다결정 다이아몬드 컴팩트의 내마모 특성이 우수하게 나타났다. 이는 성형 압력이 높을수록 미세 파괴를 유발할 수 있는 기지 내 금속 Co의 함량이 낮아지고 다이아몬드와 다이아몬드의 직접 결합 분율이 증가하는데 기인한다.

#### 감사의 글

본 연구는 산업통상자원부의 “글로벌전문기술개발사업(World Class 300)”의 연구비 지원으로 수행되었으며 이에 감사 드립니다.

#### References

- [1] F. Bellin, A. Dourfaye, W. King and M. Thigpen: World Oil, **231** (2010) 41.
- [2] D. Belnap and A. Griffo: Dia. Rel. Mater., **13** (2004) 1914.
- [3] D. E. Scott: Ind. Dia. Rev., **1** (2006) 48.
- [4] H. D. Stromberg and D. R. Stephens: Am. Ceram. Soc. Bull., **49** (1990) 1030.
- [5] H. Katman and W. F. Libby: Science, **172** (1971) 1132.
- [6] H. T. Hall: Science, **169** (1970) 868.
- [7] R. H. Wentorf, R. C. Devries and F. P. Bundy: Science, **208** (1980) 873.
- [8] P. A. Bex and G. R. Shafto: Ind. Dia. Rev., **44** (1984) 128.
- [9] V. Kanyanta, A. Dormer, N. Murphy and A. Invankovic: Int. J. Refract. Met. Hard Mater., **31** (2014) 145.
- [10] C. Liu, Z. Kou, D. He, Y. Chen, K. Wang, B. Hui, R. Zhang and Y. Wang: Int. J. Refract. Met. Hard Mater., **31** (2012) 187.
- [11] D. Miess and G. Rai: Mater. Sci. Eng. A, **209** (1996) 270.
- [12] D. M. Bigg: Polymer Engineering & Science, **17** (1997) 691.
- [13] M. Yahiaoui, L. Gerbaud, J.-Y. Paris, J. Denape and A. Dourfaye: Wear, **298-299** (2013) 32.
- [14] F. Bellin, A. Dourfaye, W. King and M. Thigpen: World Oil, **231** (2010) 53.