

스테인레스와 공구강 위에 스퍼터링된 Zr/ZrN 코팅층의 경도 및 밀착성에 대한 연구

芮吉村, 申鉉峻*, 權植哲**, 白雲承**

영남대학교 공과대학 금속공학과, *영남전문대학 금속과 **한국기계연구원 박막기술실

Hardness and adhesion of the reactively sputtered Zr/ZrN on the stainless steel(SUS304) and tool steel(SKH9)

Gil Chon Ye, Hyun Jun Shin*, Sik Chol Kwon**, and Woon Seung Baek**

Dept. of Metallurgical Eng., Yeungnam University, Kyung Pook 713-749

*Dept. of Metal, Yeungnam Junior College, Taegu 705-037

**Thin film Tech. Lab., KIMM, Kyungnam 641-010

Abstract

Adhesion and hardness are the most important properties of a hard coated layer which is applied to wear-resistant devices. Zr/ZrN layer was deposited on tool steel(SKH9) and stainless steel(SUS304) by a reactive D. C. magnetron sputtering technique and their microhardness and adhesion strength were measured for the films processed by changing the partial pressures of $^{1}N_2$ gas ($4 \sim 10 \times 10^{-4}$ mbar) and the substrate bias voltage(0~250V). The adhesion strength was evaluated by acoustic signals through the scratch-test with the incremental applied load. As the partial pressure of N_2 gas and the substrate bias voltage were increased, the adhesion strength of tool steel was observed to be stronger than that of the stainless steel. The adhesion strength was generally, observed to decrease with the same tendency regardless of the kinds of substrates. The adhesion strength of tool steel was increased more and more strongly than that of stainless steel as heat-treated temperature was increased. The strength of tool steel was appeared to be high adhesion strength at 400°C. From the failure mode of the film during the scratch adhesion test, the cohesive failure was observed to be obvious and the adhesive failure in a minor portion in the Zr/ZrN doublelayer regardless of the kinds of substrates.

1. 서 론

산업기술의 발달로 재료의 표면물성을 개선시키기 위한 방안으로 플라즈마등 고밀도에너지를 이용하는 코팅기술이 개발되어 왔으며, 이러한 기

술을 이용하여 화학적안정성, 고경도 및 내마모성 등의 성질을 나타내는 천연금속 IV-B족원소의 질화물을 절삭기, 공구 및 내마모요소부품에 코팅시킴으로 공구등의 수명이 연장되어 경제성을 향상시킨다.¹⁾ 특히, 코팅층과 모재사이의 계면에서

밀착력과 내마모특성의 개선이 공구수명에 가장 큰 영향을 미치며, 이를 개선하기 위해서 모재에 불순물제거, 상호혼합작용(inter-mixing)을 위한 스퍼터에칭과 바이어스(bias)를 가하는 방법 및 적절한 중간층을 형성시키는 방법등이 많이 이용되고 있다.²⁻⁴⁾ Helmersson등에 의해 지속적으로 공구 및 절삭기의 수명을 증가시키기 위해 중간층을 형성하여 코팅층의 밀착성 및 경도에 대한 연구가⁴⁻⁷⁾ 이루어져 왔다. 그러나 코팅층의 조직특성과 경도 및 밀착성의 연관성에 대한 체계적 연구는 부족한 단계이다. 본 연구에서는 장식용코팅의 모재로 많이 사용하는 스테인레스강(SUS304)와 공구의 재료로 많이 사용하는 고속도강(SKH9)을 모재로 사용하여, 반응성 직류스퍼터링(reactively D. C. sputtering)법에 의해 Zr중간층을 형성한 ZrN코팅층을 만들어, 코팅층의 경도 및 밀착성을 질소분압 및 바이어스전압의 변화에 따라서 조사하고, 또한 이들 시편을 적정한 열처리조건에서 진공열처리하여 밀착성 변화를 실험연구^{8), 9)}에 의한 ZrN코팅층의 조직특성과 그 관련성을 검토하였다.

2. 실험 방법

ZrN 및 Zr중간층의 증착에 사용한 스퍼터링장치는 LEYBOLD-HERAEUS, Z-400(한국기계연구원 소재)이며, 시편(substrate)으로는 강재공구의 재질로써 널리 이용되는 공구강(SKH9)와 스테인레스강(SUS304)를 사용하였다. 전처리는 시편을 연마(1μ :diamond paste)하고 시편표면에 약 10분간 초음파 용제탈지 및 세척후 건조하여, 진공용기내에 장입하고 초기진공도를 약 10^{-5} mbar까지 배기한 다음, 고순도 아르곤가스를 주입하여 용기압력을 2×10^{-2} mbar로 유지하여 시편에 R. F출력전압 1kV를 가해 ion bombarding에 의한 스퍼터크리닝을 약 10분간 행하였다. 증착조건은 질소 분압 및 부(bias)전압의 변화에 따라 두종류의 코팅층 즉, ZrN 단일층과 Zr/ZrN 이중층을 준비하였다. ZrN 단일층은 아르곤 분압을 4×10^{-3} mbar 및 8×10^{-3} mbar으로, 전력을 550W으로 고정하고, 질소 분압과 부전압을 $4 \sim$

10×10^{-4} mbar 및 0~250V 범위로 변화시켜 20분간 증착하였다. Zr/ZrN 이중층의 경우 Zr 중간층 코팅은 아르곤가스(8×10^{-3} mbar) 분위기에서 전력을 100W로 고정하고, 증착시간을 2~11분으로. 변화시킬으로서 Zr중간층 두께의 변화를 주어 증착한 후, 한 용기내에서 ZrN 증착조건에서 증착하였다. 중간층Zr의 두께는 β -backscatter 두께측정기(MICRO-DERM, MP-600)를 이용하여 측정하였다. 증착층의 미소경도를 측정하기 위해 Matsuzawa사의 미소경도시험기(DMH-1, digital방식)를 사용하였으며, 이때 하중을 10, 25, 50, 100gf으로 각각 20여회 측정하여 평균값으로 나타내었다. 코팅층의 밀착성은 밀착성측정에 가장 널리 사용되는¹⁰⁾ scratch밀착성 측정기(CSEM사 REVETEST)를 사용하여, 음향신호가 급격히 상승하는 하중을 임계하중값으로 결정하였다. 표 1은 scratch 측정의 표준조건이다.

Table 1. Standard condition of scratch adhesion test

Diamond Stylus Tip Radius	Loading Rate (dl/dt)	Moving Rate (dx/dt)	Sensitivity
R=0.2mm	100N/min	10mm/min	1.2 scale/unit

또한, 다이아몬드 stylus가 지나간 자국을 주사전자현미경으로 관찰하여 파괴(failure) 전후의 미세균열, cohesive 파괴 혹은 adhesive 파괴 인지를 관찰하여 파괴 특성을 검토하고 파괴가 일어난 부분에서 E. D. S분석을 통하여 코팅층에 잔류하는 성분을 조사하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1. 증착 속도

ZrN코팅에서 질소분압을 $4 \sim 10 \times 10^{-4}$ mbar범위로 변화함에 따라 질소분압이 4×10^{-4} mbar이하에서는 증착속도가 100~150nm/min로 높은 값을 나타내었으며, 질소분압이 그 이상범위($5 \sim 10 \times 10^{-4}$ mbar)로 증가함에 따라서 증착속도가 60~70nm/min로 현저히 감소하여, 약 $1 \sim 2\mu$ m

두께를 얻었다. 또한 기판에 부전압을 0~250V 범위로 변화시켰으며, 기판에 부전압을 가하지 않은 경우 보다 부전압을 가하는 경우의 증착속도가 50~70nm/min 범위로 감소하였고, 부전압이 100~250V 범위로 증가함에 따라 증착속도는 약 10nm/min의 적은 범위로 완만히 감소하여 약 1~1.5 μ m 두께를 얻었다. 그림 1은 Zr중간층의 증착속도를 증착시간에 따라 나타내었다. 이때 증착조건은 아르곤분압이 2×10^{-2} mbar이고 전력이 100W일 때 증착시간의 변화에 따른 증착속도는 약 50nm/min을 얻었으며, 증착시간 11분에 약 0.5 μ m의 두께를 얻었다. 또한 Zr중간층의 증착시간이 5분일 때(0.2 μ m) 기판의 부전압 변화에 따른 증착속도를 측정된 결과, 부전압이 0V에서 250V로 증가함에 따라 증착속도가 완만히 감소하여 약 0.1~0.2 μ m 두께를 얻었다. 이것은 기판에 부전압이 가해진 상태에서는 기판에 코팅된 Zr층이 이온충격에 의해 재스퍼터링(resputtering)되기 때문에 증착속도가 감소한 것으로 사료된다.

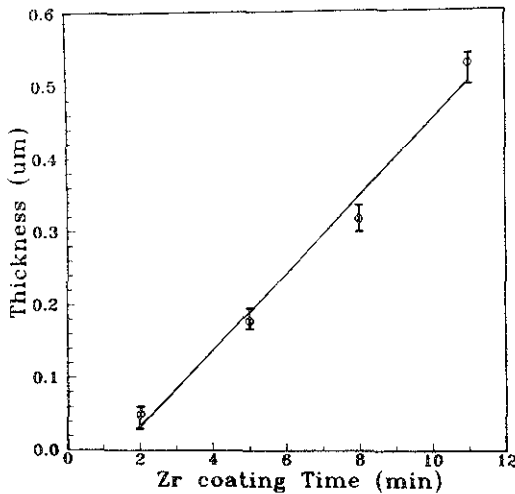


Fig. 1. Thickness changes with the variation of Zr coating times without bias voltage. (P_{Ar} : 2×10^{-2} mbar, power: 100W, time: 5min.)

3. 2. 증착층의 미소 경도

내마모성 공구의 수명 향상을 위해 사용되는 경질박막 코팅에서 박막의 미소경도는 아주 중요하다. 코팅층의 경도가 클수록 응력에 대한 변형을

방지할 수 있고, 내마모 특성과 직접적으로 연관성이 있다. 그림 2는 ZrN 단일층의 미소경도값을 질소분압에 따라 측정하여 나타내었다. 이때 아르곤분압을 4×10^{-3} mbar 및 8×10^{-3} mbar의 두영역으로 전력을 550W로 고정하고 질소분압을 4×10^{-4} mbar로 변화시켰다. 경도값의 최대값은 아르곤분압 4×10^{-3} mbar, 질소분압 4×10^{-4} mbar에서 약 Hv 1800kg/mm²을 얻었다. 선행연구⁸⁾ 결과에서 질소 분압이 증가할수록 N/Zr 조성비가 다소 증가하였으며, shadowing effect에 의해 결보 기결정립의 경계에 공동이 많이 형성되므로^{11), 12)} 미소경도가 감소한 것으로 사료되며, 질소분압이 증가함에 따라 두께가 감소하여 약 1 μ m 정도일 경우는 모재의 영향을 가진다고 볼 수 있다. 비커스 경도 측정시 압흔깊이(h)에 대한 박막의 두께의 비가(t/h) 임계값 이상이면 순수한 박막의 경도를 알수 있으나 그렇지 않으면 모재의 영향을 완전히 피할 수 없다. 하중이 25gf, 10gf일때 압흔의 깊이는 각각 1.1 μ m, 0.7 μ m이기 때문에 미소경도값이 Hv 700kg/mm²으로 낮게 나타났다. 또한, 아르곤가스 분압이 8×10^{-3} mbar에서 코팅한 것이 4×10^{-3} mbar에서 보다 경도값이 약 Hv 500 kg/mm²정도로 낮게 나타난 것은 예등⁸⁾에 의해 코팅층의 현미경조직사진에서 나타낸 바와 같이 표

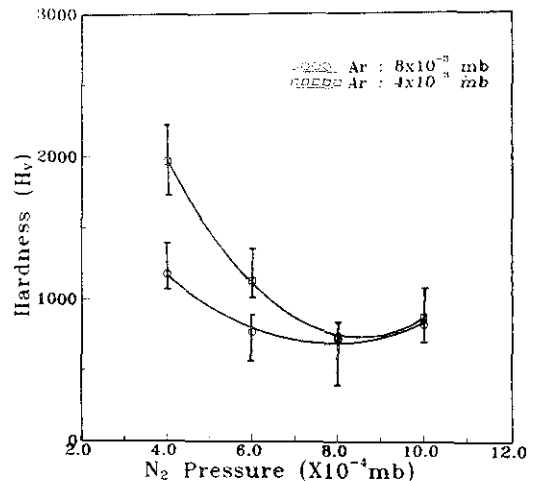


Fig. 2. Microvickers hardness of ZrN films with the changes of N₂ partial pressure. (power: 550W, without bias voltage, time: 20min.)

면조직이 아르곤원자의 흡착농도가 증가되어 표면에 많은 공동의 형성으로 미소경도가 다소 감소하였다고 사료된다.

그림 3은 아르곤 분압 8×10^{-3} mbar, 질소분압 4×10^{-4} mbar 및 6×10^{-4} mbar로 각각 고정하고 기판에 부전압이 인가된 정도에 따라 미소경도값의 변화를 나타내었다. 시편에 부전압을 인가할수록 부전압을 인가하지 않은 경우보다 경도값이 약 Hv 200~Hv 400kg/mm² 정도 증가하였다. 또한 부전압을 200V 이상으로 증가할수록 경도값이 약 Hv 100~Hv 200kg/mm²로 다소 감소하는 경향을 나타내었다. 부전압 인가에 따른 두께감소(0.7~1.3 μ m)에 의해 보다 연한(soft)조직의 영향에 기인하며, 동시에 선행연구⁸⁾에서 보인 바와 같이 현미경조직사진에서 부전압을 인가한 경우가 부전압을 인가하지 않은 경우보다 결보기 결정립이 조밀하고 공동이 형성되지 않을 뿐 아니라 증착층의 우선배향이 혼합배향을 한 경우 파단면조직은 주상정조직이 많이 억제된 치밀한 조직을 가짐으로서 경도값이 보다 증가한 것으로 판단된다.

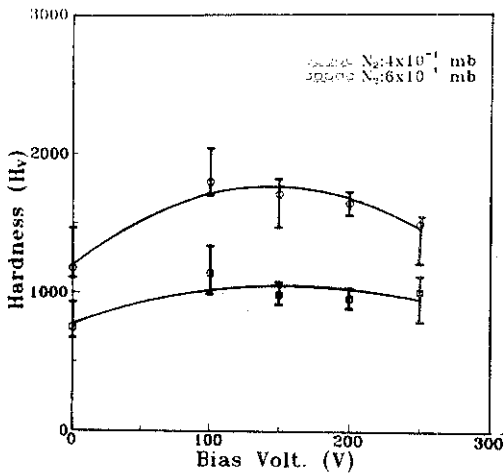


Fig. 3. Microvickers hardness of ZrN films with the changes of bias voltage. (power : 550W, P_{Ar} : 8×10^{-3} mbar, time : 20min.)

3. 3. 증착층의 밀착성

그림 4는 공구강(SKH9)와 스테인레스강(SUS-304)위에 코팅된 Zr/ZrN 이중층에서 질소분압을

4×10^{-4} mbar 및 6×10^{-4} mbar로 고정하고 Zr중간층의 두께를 0.0 μ m에서 0.5 μ m로 증가시켰을때 임계하중값의 변화를 나타내었다. 그림 4(a)에서 보이는 바와 같이 공구강(SKH9)을 모재로 사용할 경우 Zr중간층이 없는 경우보다 전반적으로 Zr중간층을 형성시킨 경우의 임계하중값이 2~6N에서 10~25N으로 증가하였으며, 또한 Zr중간층의 두께가 증가할수록 임계하중값이 13~20N에서 17~24N으로 증가하였으며 Zr중간층의 두께가 0.5

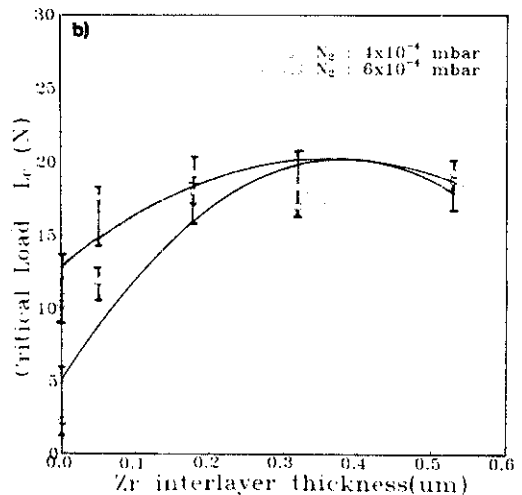
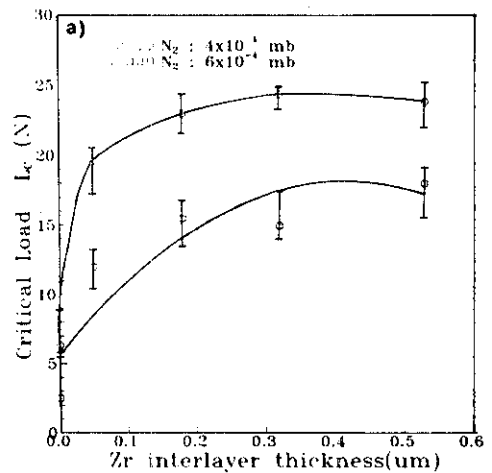


Fig. 4. Critical load of Zr/ZrN double-layered films with the changes of Zr-interlayer thickness, (power : 550W, without bias voltage, P_{Ar} : 8×10^{-3} mbar, time : min.) (a) SKH 9 (b) SUS 304

μm 이상에서 임계하중이 포화되는 경향이 나타났
다. 그림 4(b)에서는 스테인레스강을 모재로 사용
할 경우 임계하중을 나타내고 있다. 이 경우 공구
강을 모재로 사용할 경우보다 전반적으로 임계하
중값이 낮으나 Zr 중간층을 형성하지 않는 경우보
다 중간층을 형성한 경우가 15~20N으로 약 2~
3배 증가하였으며, Zr 중간층의 두께가 증가할수
록 두께가 $0.5\mu\text{m}$ 이상에서 임계하중 값이 약 20N
으로 높은 값을 나타냈다. Scratch 밀착성시험에
서는 다이아몬드 stylus의 이동으로 stylus 주변의
소지-코팅층계면에 전단응력을 작용시켜 박막을
파괴시킨다. 이것은 stylus의 앞부분에 저장된 탄
성에너지가 임계하중에서 코팅층의 박리 혹은 균
열에 의해 에너지 균형을 맞추기 때문이다.¹³⁾ 위
의 경우는 ZrN을 소지에 직접 코팅하면 압축잔류
응력이 커지며 이 값이 계면 파괴에너지 보다 크
면 임계하중 값이 감소하며, Zr 중간층이 존재하
는 경우 계면에 발생하는 내부응력을 완화시켜 줌
으로서 모재와 더욱 강한 화학결합을 유도하여 임
계하중을 증가시킨다. 한등¹⁴⁾은 아크이온플레이팅
방법에 의해 TiN, ZrN 코팅시 Ni, Ti, Zr의 중간층
이 두께가 $1\mu\text{m}$ 일때 가장 좋은 임계하중값을 가진
다고 보고한 바 있는데 본 연구에서는 Zr 중간층
두께가 $0.5\mu\text{m}$ 일때 포화되는 경향을 나타내었다.

그림 5는 Zr/ZrN 이중층에서 지르코늄 중간층
을 약 $0.2\mu\text{m}$ 와 $0.5\mu\text{m}$ 을 형성시킨 후 ZrN 코팅시
질소분압의 변화에 따른 임계하중값을 나타내었
다. 그림 5(a)는 모재를 공구강으로 사용할 경우
임계하중값은 정도값이 가장 높은 조건인 질소분
압이 $4 \times 10^{-4}\text{mbar}$ 이고 Zr 중간층이 $0.5\mu\text{m}$ 인 경우
24N으로 가장 높게 나타났다. 또한 그림 5(b)에서
보이는 바와 같이 스테인레스강을 모재로 사용할
경우에서도 공구강의 경우와 같이 정도값이 가장
높은 조건에서 약 20N으로 가장 높게 나타났다.
그리고 모재의 종류에 상관없이 질소분압이 증가
할수록 그림 2에서 보는 바와 같이 정도값의 변화
와 유사한 경향을 나타내었다. 이것은 질소분압이
 $4 \times 10^{-4}\text{mbar}$ 의 경우 코팅층의 N/Zr 비가 1이고,
내부잔류응력은 질소분압의 증가에 따라 N/Zr비
가 1이상이 된 경우보다 격자결함 등으로 인한
내부잔류응력이 작기 때문에 정도가 크며, 밀착성

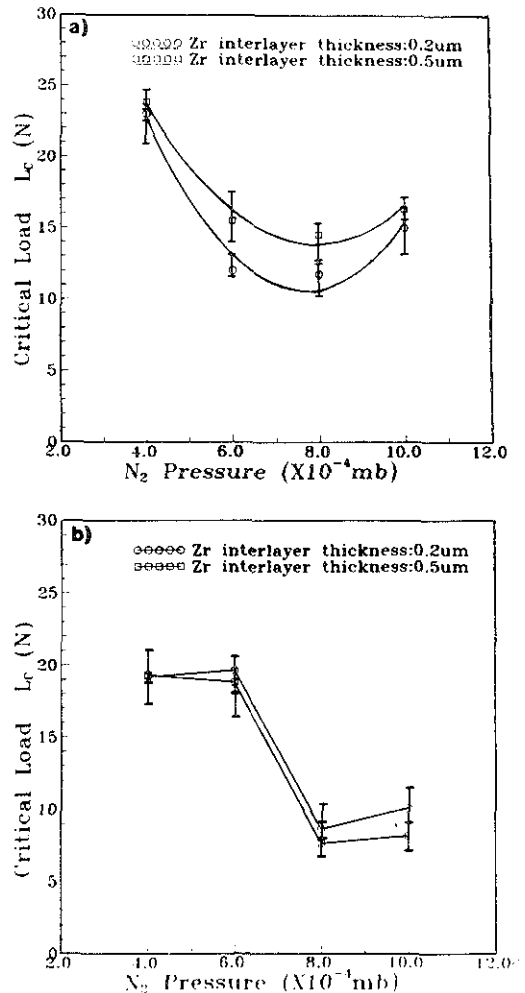


Fig. 5. Critical load of Zr/ZrN double-layered films with the changes of N_2 partial pressure. (power : 550W, without bias voltage, P_{Ar} : $8 \times 10^{-3}\text{mbar}$, time : min.)
(a) SKH 9 (b) SUS 304

과의 관계에서는 stylus의 하중이 코팅층을 통하
여 소지와 코팅층 계면에 전달됨으로 코팅층의 경
도가 커짐에 따라 임계하중이 증가한다고 생각된
다. J. Valli등¹⁵⁾에 의하면 공구강 위에 TiN 코팅
을 하여 질소분압에 따른 밀착성을 연구한 결과
질소분압이 증가할수록 임계하중이 감소함을 발
표하였다. 한등¹⁴⁾은 Zr이 소지와 코팅층 양간에
결합력이 우수한 중간층이어서 계면에 발생하는
내부응력을 줄여 소성변형을 지연(retarding)시

킴으로 임계하중이 증가한다고 발표하였다.

그림 6은 Zr/ZrN 이중층에서 부전압을 100~250V범위로 증가시키면서 Zr중간층을 약 0.5 μ m 두께로 코팅하여 형성시킨 이중층에 대한 임계하중값의 변화를 나타내었다. 이때 ZrN증착시 질소 분압은 4×10^{-4} mbar와 8×10^{-4} mbar이었다. 그림 6(a)에서 보이는 바와 같이 공구강을 모재로 사용할 경우의 임계하중은 인가전압이 증가함에 따라서 부전압을 인가하지 않는 경우의 임계하중값 20~25N에서 부전압을 인가할수록 감소함을 나

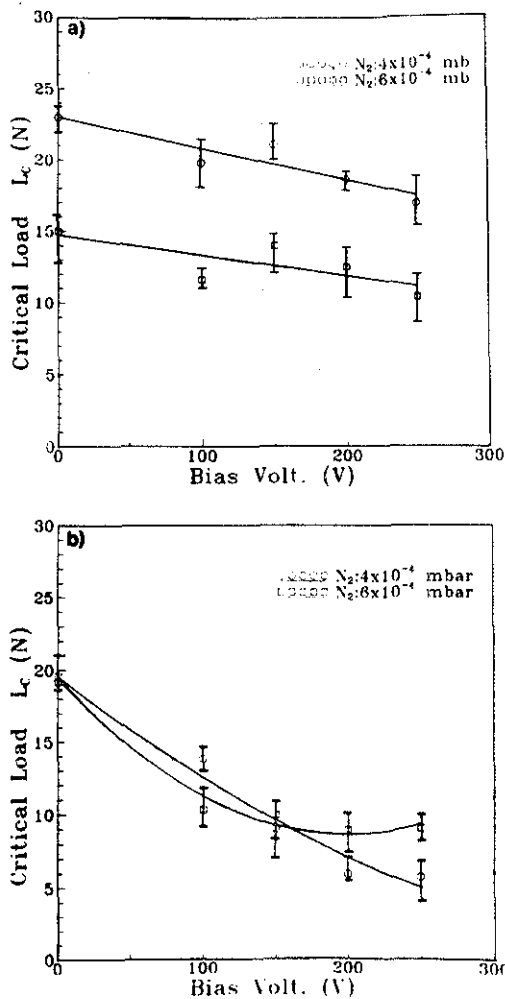


Fig. 6. Critical load of Zr/ZrN double-layered films with the changes of bias voltage. (power : 550W, P_{Ar} : 8×10^{-3} mbar, time : 20min.)

(a) SKH 9

(b) SUS 304

타내었다. 이 결과는 인가 부전압의 증가에 따라 나타난 두께의 감소와 그림 3의 경도값의 변화와 경향이 유사함을 알 수 있었다. 선행연구⁸⁾의 현미경조직에서 나타난 바와 같이 표면조직이 보다 미세하고 혼합배향을 하고 있는 경우 파단면이 균질하며 치밀한 결정조직이 형성됨으로써 코팅층의 경도값이 높아져 하중을 지지할 수 있는 능력이 증가되어 그 만큼 소성변형을 적게 일으킴으로써 임계하중이 높게 나타난 것으로 사료되며, 또한 시편에 부전압이 인가되면 소지와 코팅층계면에서 intermixing효과로 인해 코팅층의 결합력을 증대시킨 것으로 판단된다. 부전압을 150V를 기준으로 임계하중값이 감소하는 것은 코팅층의 경도값이 감소하여 stylus의 임계하중을 지지하는 힘이 계면의 전단응력을 감소시키는 결과를 나타낸 것으로 사료된다.

그림 7은 Zr/ZrN코팅층에서 밀착성이 떨어진 조건의 파괴양상을 관찰하기 위해 S. E. M. 및 각 부분별 E. D. S. 분석 그림이다. 파괴양상은 시편 종류에 관계없이 그림 7(b)에서 보는 바와 같이 Zr중간층 위의 ZrN코팅층에서 주로 cohesive 파괴양상을 나타내고 또한, 부전압을 인가한 시편의 파괴양상도 대체로 cohesive파괴임을 확인할 수 있었으며, 파괴부분의 E. D. S.로 분석한 결과 Zr 성분이 다소 검출되어 부전압 효과¹⁶⁾에 의해 ZrN 층이 파괴된 후에도 모재에 일부 잔여됨을 알 수 있다. 부전압이 가해짐으로 adhesive 파괴 양상에서 일부 cohesive 파괴 양상으로 바뀌게 되는데 이러한 전이양상이 밀착성을 향상시킨 것으로 사료된다.

코팅층과 모재의 계면에 확산층을 형성시켜 밀착력을 향상시킬 목적으로 진공열처리 하였다. 밀착력이 비교적 떨어진 조건인 질소분압 4×10^{-4} mbar, 아르곤분압 8×10^{-3} mbar인 조건의 시편으로 진공열처리를 사용하여 300, 400, 500, 600에서 2시간동안 열처리후 로냉하였다. 그림 8은 ZrN단일층 및 Zr/ZrN이중층의 모재를 각각 공구강과 스테인레스강일때 열처리후 임계하중값을 나타내었다. 그림 8(a)의 결과에서 ZrN단일층일때 공구강을 모재로 사용할 경우가 스테인레스강을 모재로 사용한 경우 보다 임계하중 값이 약 5~

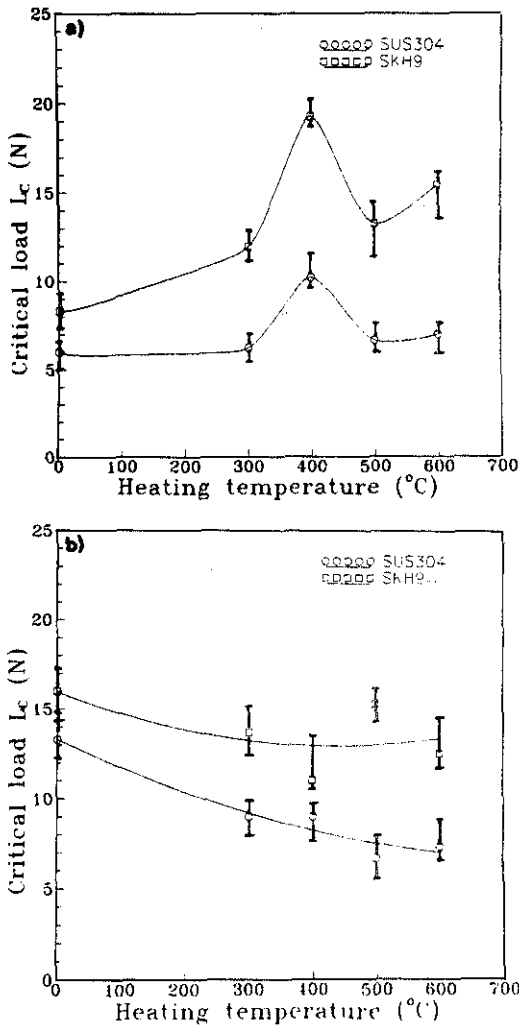


Fig. 8. Variation of critical load with the function of vacuum heat treatment for ZrN coating(a) and ZrN/Zr coating(b).

10N정도 높았으며, 400 $^{\circ}\text{C}$ 에서 최고값 약 10N, 20N을 얻었다. 공구강인 경우가 스테인레스강인 경우보다 임계하중이 높은 이유는 열처리중 ZrN 코팅층과 공구강의 탄소와의 친화력이 크므로 확산층을 일부 형성한 때문이며, 스테인레스강인 경우 보다 안정한 크롬탄화물의 형성으로 코팅층과 확산층을 형성하지 못하여 임계하중값이 적게 증가하였다고 사료된다. 그림 8(b)에서는 Zr/ZrN이 층층의 열처리후 임계하중값의 변화를 나타내고

있다. 열처리 효과로 인하여 모재의 연화현상과 Zr중간층에 코팅층의 질소원자의 확산으로 실질적인 코팅층의 두께감소 등에 따라 stylus의 하중을 지지할수 있는 능력이 감소함에 기인한 것으로 판단된다. 또한, 열처리한 시편의 밀착성 시험후

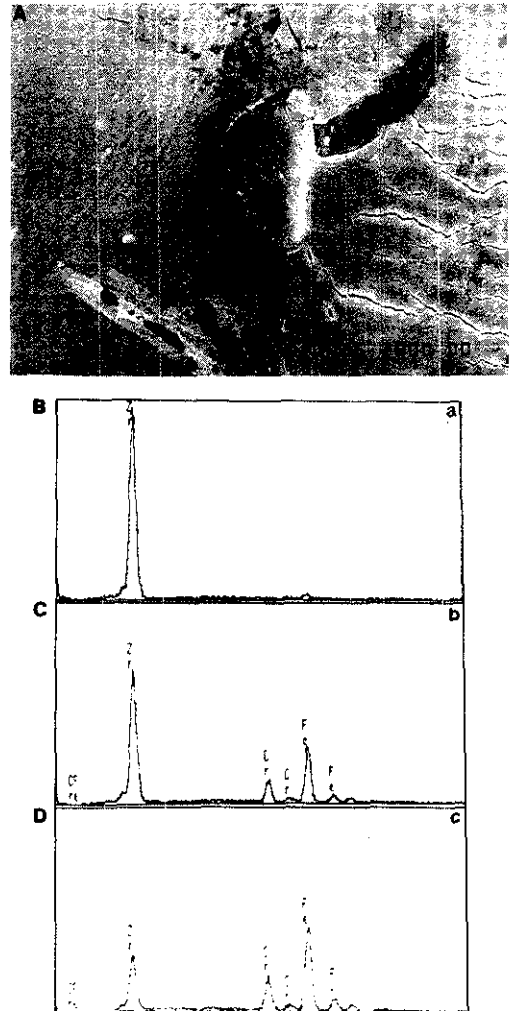


Fig. 9. S. E. M. micrographs and E. D. S. spectroscopy of scratch adhesion tested channel of ZrN films deposited on SKH9 with vacuum heat treated at 400 $^{\circ}\text{C}$ during 2hrs. (power : 550W, P_{Ar} : 8×10^{-3} mbar, P_{N_2} : 4×10^{-4} mbar, time : 20min) A, B) S. E. M. micrographs C, D, E) E. D. S spectrum for B) unflaked C) half-flaked D) flaked

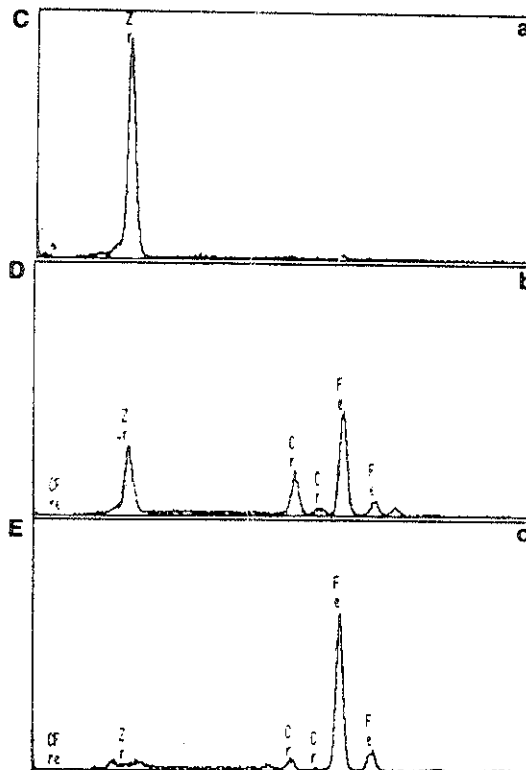
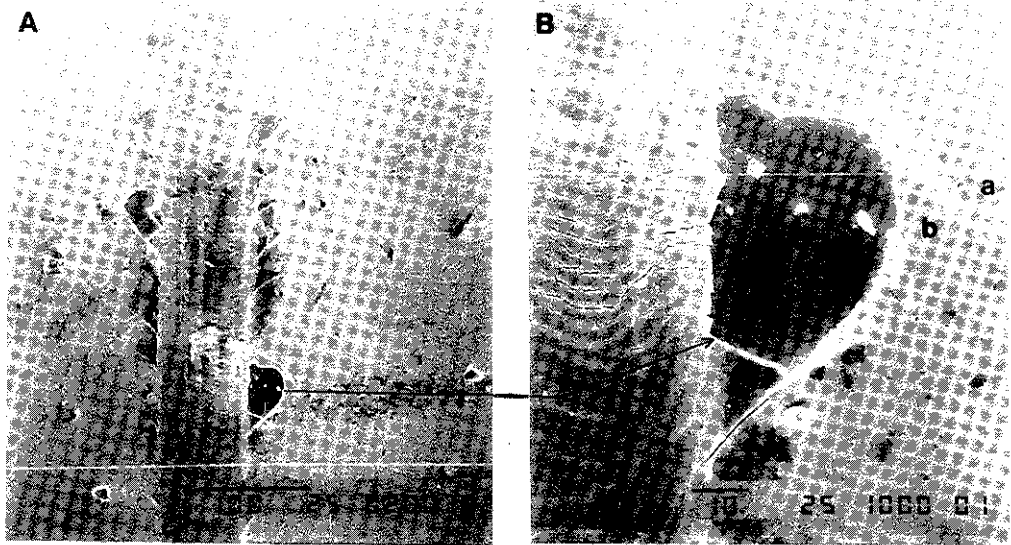


Fig. 10. S. E. M. micrographs and E. D. S. spectroscopy of scratch adhesion tested channel of Zr/ZrN films deposited on SKH9 with vacuum heat treated at 400°C during 2hrs. (power: 550W, P_{Ar} : 8×10^{-3} mbar, P_{N_2} : 4×10^{-4} mbar, time: 20min and Zr-interlayer 0.2 μ m.)
 A, B) S. E. M. micrographs C, D, E) E. D. S. spectrum for C) unflaked
 D) half-flaked E) flaked

파괴가 일어난 부분을 S. E. M.와 E. D. S.로 분석한 결과를 그림 9, 10에 나타내었다. 진공열처리를 한 경우 공구강에서는 현저한 cohesive 파괴를 나타내며 스테인레스강에서는 adhesive 파괴가 현저하고 다소 cohesive 양상을 가진다. 또한 파괴양상은 밀착성이 양호한 조건에서는 역시 대부분이 cohesive 파괴를 가지며, 밀착성이 나쁜 조건에서도 일부 cohesive 파괴가 나타났다.

4. 결 론

1) Zr 중간층의 두께가 $0.05\mu\text{m}$ 에서 $0.5\mu\text{m}$ 으로 증가함에 따라 모재를 공구강으로 사용 하였을때 임계하중은 20N에서 24N 범위에서 거의 변화가 없었고, 중간층 두께가 약 $0.5\mu\text{m}$ 일때 밀착력의 임계하중값이 24N으로 가장 높았다. 또한, 스테인레스강을 모재로 사용할때 임계하중 값은 약 10~15N 범위에서 거의 변화가 없었다.

2) Zr/ZrN 증착층일 경우 질소분압이 10×10^{-4} mbar에서 4×10^{-4} mbar 범위로 감소함에 따라, 모재가 공구강일때 밀착성의 임계하중값은 10N에서 24N으로 증가하였고, 기판에 부전압을 0V에서 250V로 인가함에 따라 밀착성의 임계하중은 25N에서 20N으로 감소 하였다. 또한, 스테인레스강을 모재로 사용할때는 임계하중 값이 Zr 중간층이 없는 경우 보다 약 10~15N으로 증가하였으며, 증착변수(질소분압, 시편 부전압)에 따라 모재가 공구강일때와 유사한 경향을 나타내었다.

3) 진공 열처리를 한 결과 ZrN 단일층일때 공구강을 모재로 사용한 경우가 스테인레스 강을 모재로 사용한 경우 보다 임계하중 값이 약 5~10N 정도 높았으며, 400°C 에서 최고값 약 10N, 20N을 얻었다. 또한, Zr/ZrN 증착층인 경우 열처리 온도에 따라 임 계하중값이 약 5N 정도로 감소하였다.

4) Scratch channel 주위의 파괴양상은 Zr/ZrN 이중층인 경우 시편 종류에 관계없이 다소 cohesive 파괴양상을 가지며, 진공열처리를 한 경우 공구강에서는 현저한 cohesive 파괴를 나타내며 스

테인레스강에서는 adhesive 파괴가 현저하고 다소 cohesive 양상을 가진다.

후 기

본 연구는 1992년도 포항중합제철(주)의 연구 지원비에 의해 수행된 것으로서 관계된 여러분께 깊은 감사를 드립니다.

참 고 문 헌

1. A. V. Biel, H. Kneyrandish, and J. S. Colligon : Thin solid films, 200 (1991) 283
2. J. E. Greene and M. Pestes : Thin solid films, 37 (1976) 373
3. J. E. Greene and J. L. Zilko : Surf. Sci., 72 (1978) 109
4. U. Helmersson, B. O. Johansson, and J. E. Sundgren et al : J. Vac. Sci. Technol., A3 (1985) 309
5. M. Van Stappen, B. Malliet et al : Surf. Eng., 4 (1989) 305
6. C. Quaeyshaegens, L. M. Stals, M. Van Stappen, and L. De Shepper : Thin solid films, 197 (1991) 37
7. D. S. Rickerby, S. J. Bull, T. Robertsson, and A. Henry : Surf. Coat. Technol., 41 (1990) 63
8. 예길촌, 신현준 : 대한금속학회지, 28 (1990) 695
9. 예길촌, 신현준, 권식철, 백운승 : 대한금속학회지, 31 (1993) 774
10. C. T. Kemmer and R. H. Mills : J. Vac. Sci. Technol., 16 (1979) 352
11. J. E. Sundgren, B. O. Johanson, S. E. Karlson, and H. T. C. Hentzell : Thin Solid Films, 105 (1983) 367
12. J. E. Sundgren, B. O. Johanson, and S. E. Karlson : Thin Solid Films, 105 (1983) 385
13. M. T. Laugier : J. Vac. Sci. Technol., A5 (1987) 67

14. J. G. Han, S. G. Oh : "The effect of pre-coating on the adhesion of reactive Arc evaporated TiN and ZrN coatings", Tech. paper(1991)
15. J. Valli, J. M. Molarius, and A. S. Korhonen : Thin Solid Films, 154 (1987) 35
16. G. H. Lee and M. Cailler : Thin Solid Films, 185 (1990) 35