

음극 아크법으로 증착한 ZrO₂/Al₂O₃ 박막의 고온특성

High temperature characteristic of cathodic arc deposited ZrO₂/Al₂O₃ thin films

이동복^{a*}, Trinh Van Trung^b, 김선규^b

^{a*}성균관대학교 신소재공학과(E-mail:dlee@skku.ac.kr), ^b울산대학교 첨단소재공학부

초 록 : 음극 아크법으로 증착한 ZrO₂/Al₂O₃ 박막의 고온특성을 대기중 600-900°C 에서 50시간동안 노출시킨후 XRD, XPS, AES, SEM, TEM을 이용하여 분석하였다. 증착된 박막은 비정질이었고, 고온에서 가열함에 따라 점차 결정질로 바뀌었다.

1. 서론

ZrO₂/Al₂O₃ 박막은 고온에서 산화되지 않고 뛰어난 안정성을 가지고 있어 앞으로 고온응용이 기대되고 있다[1-3]. 따라서, ZrO₂/Al₂O₃ 박막을 여러 가지 방법으로 증착시키는 기술이 개발되었는데, 특히 음극 아크법을 이용하여 완전히 산화된 Zr과 Al, 즉 ZrO₂와 Al₂O₃[4], Zr-O/Al-O가 반복되는 나노 층상구조[5]를 증착시킴이 보고되고 있다. 기존의 논문[4, 5]은 증착된 박막의 증착인자, 미세조직, 경도 등을 조사하였으나 아직까지 고온성질을 자세히 연구되지 않았다. 따라서, 본 연구에서는 SKD11 공구강에 ZrO₂ / Al₂O₃ 박막을 음극 아크법으로 증착하고 600, 700, 800, 900°C의 대기 중에서 최고 50 시간동안 노출 시킨 후, 고온특성을 조사하였다.

2. 본론

Fe-11.5%Cr 조성의 SKD11 공구강을 연마한 후, 알코홀로 초음파 세척한 후 음극 아크법으로 증착 시켰다. 사용한 음극은 Zr, Al 이었고, 기관과 음극간 거리는 28cm 이었고, 진공 펌프를 사용하여 반응실의 압력을 0.053Pa로 낮춘 후, Ar 가스를 흘려주어 엡칭 압력을 99Pa로 유지시킨 후 10분동안 60mA, 300V 조건에서 엡칭 시켰다. 이후, 산소와 혼합된 Ar 가스를 반응실로 흘려 주어서 30분동안 증착시켜 1.5µm 두께의 ZrO₂ / Al₂O₃ 박막을 얻었다. 이들 박막을 600, 700, 800, 900°C의 대기 중에서 TGA를 이용하여 대기 중에 노출 시킨 후, XRD, XPS, AES, SEM, TEM을 이용하여 분석하였다.

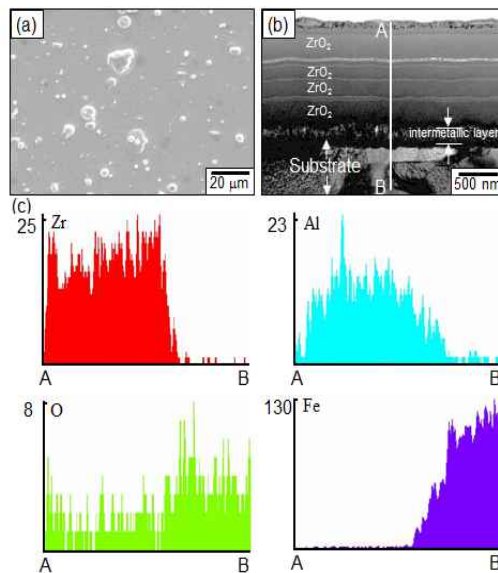


그림. 1. As-deposited ZrO₂/Al₂O₃ film. (a) SEM top view (X1000), (b) TEM cross-sectional image, and (c) line profiles of Zr, Al, O and Fe.

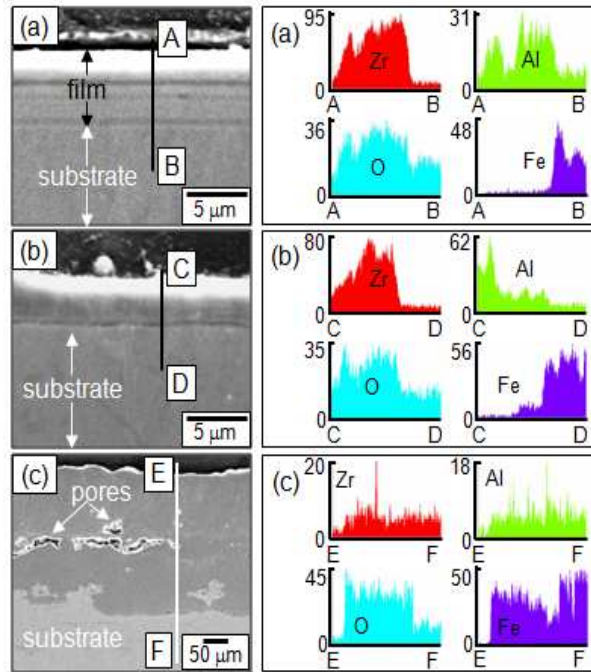


그림 2. FE-SEM cross-sectional images and EDS line profiles of the ZrO_2/Al_2O_3 film after oxidation for 50 h at (a) 700°C, (b) 800°C, and (c) 900°C.

3. 결론

그림 1은 증착된 ZrO_2/Al_2O_3 박막에 대한 분석결과이다. 평활한 박막표면에는 다수의 입자들이 보인다(그림 1(a)). AES로 분석한 결과에 의하면 박막의 조성은 $Zr:Al:O = 49.37\%:32.9\%:17.4\%$ 이었다. 그림 1(b)의 TEM미세조직 사진에 의하면 ZrO_2/Al_2O_3 가 반복되는 나노층상구조임을 알 수 있었으며, 비정질 구조를 가지고 있었다. 그림 1(c)에서 박막은 Zr-Al-O로 이루어짐을 확인할 수 있다.

그림 2는 ZrO_2/Al_2O_3 박막을 700, 800, 900°C에서 50시간동안 노출시킨 후의 FE-SEM분석 결과이다. 그림 2(a)에서 박막의 두께는 5 μ m이다. 그림 2(b)에서는 박막의 두께는 3 μ m로서, 기관원소인 Fe가 박막쪽으로 확산해 들어가고 있다. 그림 2(c)에서는 박막은 완전히 파괴되어 버렸고, Fe의 외부화산은 심각히 발생하였다.

감사의 글

이 논문은 2010년도 교육과학기술부의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 기초연구사업 (2010-0023002)입니다.

참고문헌

- [1] W.D. Sproul, Science 273 (1996) 889.
- [2] N.C. Biswas, S.P. Chaudhuri, Ceram. Int. 23 (1997) 69.
- [3] A.K. Deb, P. Chatterjee, S.P. Sen Gupta, Mat. Sci. Eng. A-Struct. 459 (2007) 124.
- [4] I. Zukerman, V.N. Zhitomirsky, G. Beit-Ya'akov, R.L. Boxman, A. Raveh, S. K. Kim, J. Mater. Sci. 45 (2010) 6379.
- [5] S.K. Kim, V.V. Le, R.L. Boxman, V.N. Zhitomirsky, J.Y. Lee, Surf. Coat. Technol. 204 (2010) 1697.