

질화규소 이층 층상재료에서 코팅층의 파괴에 관한 연구: II. Coating Thickness의 영향

이기성 · 이승건* · 김도경
한국과학기술원 재료공학과
*미국 표준과학연구소
(1997년 10월 28일 접수)

A Study on the Coating Fracture in Silicon Nitride Bilayer: II. Effect of Coating Thickness

Kee Sung Lee, Seung Kun Lee* and Do Kyung Kim

Dept. of Materials Science and Engineering, KAIST, Taejeon, 305-701

[†]Materials Science and Engineering Laboratory,

National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD20899, USA

(Received October 28, 1997)

요 약

Part I에 이어서 질화규소로 코팅된 질화규소-질화붕소 시스템에 있어서 접촉하중에 의한 코팅층의 파괴에 대한 코팅층의 두께의 영향을 고찰하였다. 코팅층과 기판층간의 elastic/plastic mismatch가 큰 경우 코팅층의 균열생성을 방지하는 어느 임계 두께가 존재한다는 사실을 발견하였으며, mismatch가 감소할수록 이러한 요구 임계두께가 감소하였다. 또한 가해진 하중이 증가할수록 요구 임계두께는 증가하여야 함을 알 수 있었다. 따라서 코팅층의 파괴를 방지하기 위해서는, 코팅층과 기판층간의 mismatch와 사용환경(가해지는 하중)을 고려한 적정 임계두께의 설계가 요구된다.

ABSTRACT

The effect of coating thickness on the contact fracture was studied in Si_3N_4 coated Si_3N_4 -BN system. When the elastic/plastic mismatch is relatively large between two layers in bilayer, certain critical coating thickness was required to prevent cone crack initiation, and this critical thickness was decreased by decreasing the elastic/plastic mismatch. In addition, the required critical thickness should be increased when higher loads apply. In conclusion, an appropriate coating thickness should be designed by elastic/plastic mismatch between two layers and environment(applied load) to prevent the coating fracture

Key words : Coating Fracture, Coating thickness, Elastic/Plastic Mismatch, Hertzian indentation

1. 서 론

Si_3N_4 -BN 복합재는 우수한 열적 저항특성이 있어서 열충격 저항 소재나 열 차단 재료등으로 쓰인다.^{1,2)} 그러나 질화붕소 자체의 난소결성과 soft한 성질 및 질화규소에 첨가될 때 제공되는 약한 계면등에 기인하여 50 μm 이하의 short crack을 쉽게 형성시켜 마찰, 마모가 쉽게 일어나 피로나 마모저항성이 떨어지는 단점이 있다.³⁾ 그러므로 상대적으로 내마모성이 높은 코팅층의 필요성이 요구된다.

이와 같은 맥락에서 soft한 소재 위에 hard한 코팅층을 이루는 연구는 금속 위에 상대적으로 내마모성이 높은 세라믹을 코팅시키는 방법에 의해 많이 이루어졌다. 그러나 재료공학적 측면에서 대부분의 연구는 코팅층을 입히는 방법 등의 제조공정, 그리고 제조 시나 제조직후 코팅층의 파괴현상에 관해 주목해 왔다.⁴⁾ 실제적으로 코팅시스템을 제작한 후 사용도중의 파괴현상에 대한 연구는 많이 이루어지지 않고 있으며, 특히 압축응력이 걸리는 사용환경 도중에서의 파괴현상 역시 그 연구가 미미한 실정이다. 또한 코팅시스템을 제작하는데 있어서

코팅층의 두께를 얼마로 하는 것이 효율적인지 그에 대한 기준이 확실히 설정되어 있지 않아 코팅시스템을 설계하고 디자인하는데 있어서의 기준이 요구되고 있다.

따라서 본 연구에서는 soft한 기판층 위에 hard한 코팅층을 입힌 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ 시스템을 제조하고, 특히 이 시스템의 코팅층에 압축응력이 걸렸을 때의 현상을 고찰, 코팅층의 두께가 시스템의 파괴에 어떤 영향을 끼치는 지에 대해 알아보려고 한다. 특히 코팅층이 보다 soft하고 파괴인성이 높은 기판층의 영향을 받도록 하기 위해 코팅층과 기판층 간의 계면결합을 강하게 (strong bonded-interface) 제조함으로써⁵⁾, 파괴도중 약한 계면을 따라 균열의 전파가 진행되어 파괴가 일어나게 되는 계면박리(delamination) 현상을 가능한 한 방지시킨 후 코팅층의 두께의 영향을 살펴보았다. 코팅층의 표면에 균열을 유도하는 하나의 방법으로서, part I에서와 같이 Hertzian indentation 기법을 이용하였다.

2. 실험방법

2.1. 이층 층상재료 소결체의 제작

질화규소로 코팅된 질화규소-질화붕소 이층 층상재료 소결체는 part I에서와 같은 방법으로 제조되었다. 각 층의 혼합분말들을 ball milling에 의한 원료처리를 거친 후 얻었는데 이 때 part I에서의 조성영역을 보다 넓혀 기판층의 질화붕소 첨가량을 각각 5, 10, 20, 그리고 30 wt% 첨가하여 elastic/plastic mismatch가 서로 다른 이층 층상재료를 제작하였다. 얻어진 분말들을 흑연 도가니 내에서 차례로 적층시킨 후 고온가압소결(hot pressing)을 행하였다. 소결조건은 1730°C, 1 hr, 30 MPa의 조건으로 행하였다.

얻어진 소결체의 코팅층을 다이아몬드 연마기로 연삭하여 코팅층의 두께를 조정하였으며, 그 후 다이아몬드 paste를 이용, 1 μm 까지 경면 연마(polishing)를 행하여 두께 범위를 100-1300 μm 로 변화시켰다. 이 때 각 동일 코팅층 내에서의 두께편차는 50 μm 미만의 범위 내에 포함되도록 하였다.

2.2. Indentation 시험

본 연구에서 사용한 Hertzian indentation 방법의 모식도를 Fig. 1에 나타내었다. 두께가 조절된 이층 층상재료 소결체의 경면 연마된 표면 위에 그림과 같이 탄성계수와 경도가 상대적으로 높은 초경재질의 구형압자를 P의 압축하중으로 눌러 파괴거동을 고찰하였다.

먼저 두께가 각각 100, 900 μm 로 조절된 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-30wt\%BN}$ 이층 층상재료의 표면에 하중을 변화시키면서 indentation 한 후 damage zone 크기를 측정하여 in-

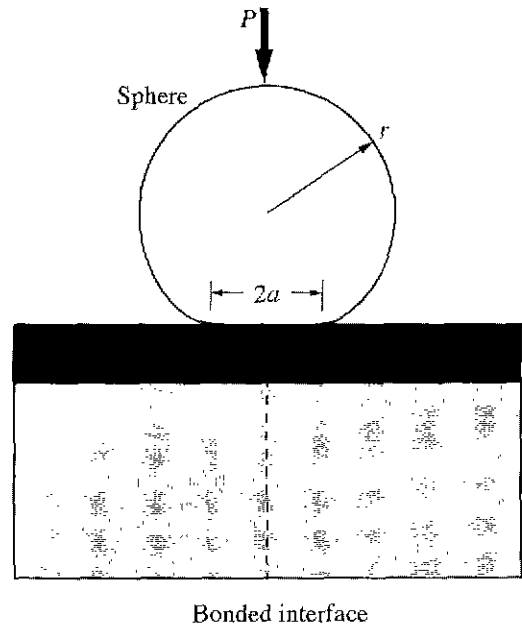


Fig. 1. Schematic diagram of Hertzian indentation.

dentation stress-strain 곡선을 구하였다. 이 때 사용한 초경 구형압자의 반경은 3.18 mm 이었고, 가해준 하중은 최고 4000 N 이었다.

한편 5, 10, 20, 그리고 30 wt%의 질화붕소를 기판층에 첨가한 후 코팅층의 두께를 각각 100-250 μm 부터 최고 1200-1300 μm 의 범위 내에서 조절한 이층 층상재료 소결체를 part I에서와 같이 "bonded-specimen" 기법을 이용하여 제조한 후 반경 1.98 mm의 초경 구형압자로 하중 $P=2000\text{-}4000\text{ N}$ 의 범위 내에서 indentation 하였다. 이후 indentation된 시편을 광학현미경의 Nomarski contrast 하에서 관찰하여 재료의 파괴 및 손상거동을 고찰하였다. 이 때 각 시편의 코팅층 내에서 가장 긴 균열의 길이를 측정하였다. 한편 유한요소해석법(FEM) 알고리즘을 이용해 양적인 응력분석을 행하여^{6, 8)}, $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-30wt\%BN}$ 시스템의 코팅층의 두께를 변수로 최대 인장응력을 구하여 실제 시스템에서 일어난 파괴 및 손상거동과 비교, 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

본 연구에서 제작한 이층 층상재료에 있어서 코팅층이 기판층의 영향을 받는지의 여부를 판단하기 위해 서로 다른 코팅층의 두께를 갖고 있는 각 이층 층상재료 소결체의 표면 위에 Fig. 1과 같이 Hertzian indentation 방법을 행하여⁹⁾ indentation stress-strain 곡선을 구하였

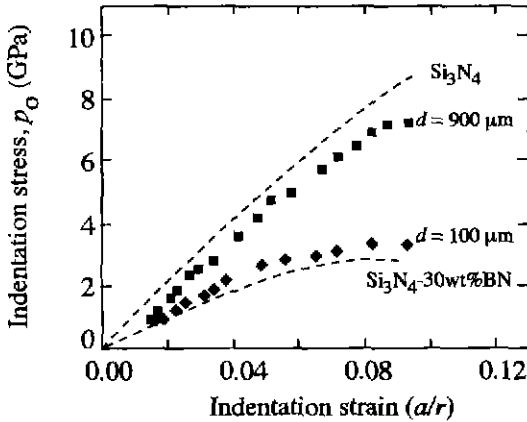


Fig. 2. Indentation stress-strain curves of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-}30\text{wt}\%\text{BN}$ bilayers for Si_3N_4 coating thicknesses d indicated. Upper and lower bounds for Si_3N_4 and $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-}30\text{wt}\%\text{BN}$ components.

다. 이 때 사용한 초경 구형압자의 반경은 3.18 mm 이었으며, 하중 P 를 변화시켜가면서 각 하중에 대한 접촉크기(contact radius) a 를 현미경 상에서 측정하였다. 이로부터 indentation stress($p_0 = P/\pi a^2$)와 indentation strain(a/r)을 각각 계산하였으며 그 결과를 Fig. 2에 나타내었다. 그림에 표시된 데이터는 이층 층상재료 소결체에 해당하는 결과를 나타내고, 점선으로 도시된 부분은 코팅층 혹은 기판층에 해당하는 각각의 monolith재료에 indentation을 행한 결과를 나타낸다. Part I에서 살펴보았듯이, 질화규소에 질화붕소가 첨가되면 재료의 탄성계수, 항복점, 그리고 가공경화계수가 낮아지는 준소성 거동을 보이게 되므로 질화붕소 첨가 질화규소-질화붕소 복합재료의 indentation stress-strain 곡선이 질화규소의 곡선보다 비선형적으로 이동하게 된다. 이층 층상재료 소결체의 경우, 그림에서 알 수 있듯이 코팅층의 두께가 얇은 경우($d=100\ \mu\text{m}$)는 indentation stress-strain 곡선이 기판층의 곡선에 가깝고 코팅층의 두께가 두꺼운 경우($d=900\ \mu\text{m}$)는 코팅층의 곡선에 보다 가까워짐을 알 수 있다. 이는 다시 말하면 코팅층의 두께가 얇을수록 기판층의 영향을 보다 받게 됨을 의미한다. 또한 그림에서 코팅층의 두께가 두꺼운 경우에도 도시된 곡선이 코팅층의 곡선과 다르다는 사실은 두꺼운 코팅층을 갖는 이층 층상재료라 하더라도 기판층의 영향을 받고 있다는 것을 나타낸다.

Fig. 3은 코팅층과 기판층간의 elastic/plastic mismatch가 비교적 작은 경우, 즉 5 wt%의 질화붕소가 기판층에 첨가된 서로 다른 두께를 갖는 이층 층상재료 소결체들의 표면 위에 반경 1.98 mm의 초경 구형압자로 하중 $P=2000\ \text{N}$ 에서 indentation을 한 후 관찰된 손상거

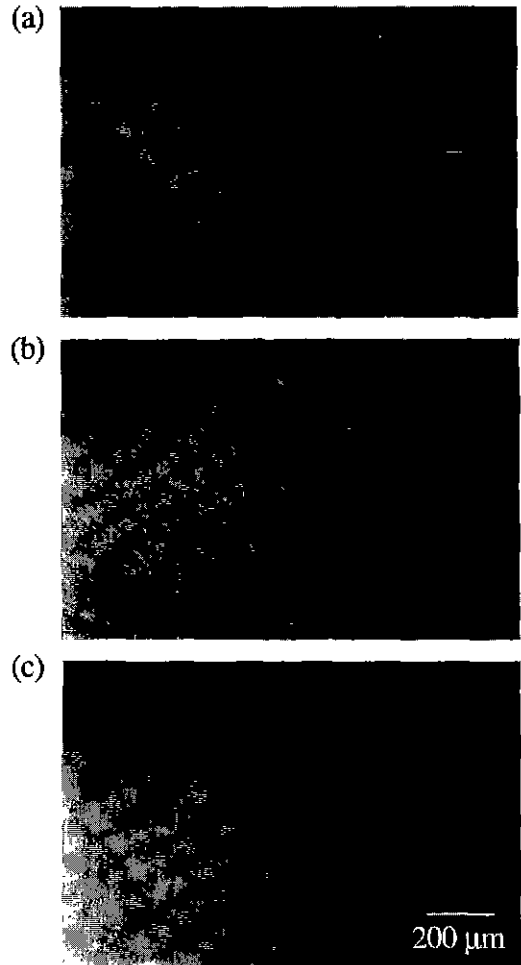


Fig. 3. Contact damage of $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-}5\text{wt}\%\text{BN}$ bilayer under $P=2000\ \text{N}$ with different coating thicknesses, (a) $d=100\ \mu\text{m}$, (b) $d=450\ \mu\text{m}$ and (c) $d=1200\ \mu\text{m}$.

동(contact damage behavior)을 광학현미경으로 찍은 사진을 나타낸다. 사진에서 알 수 있듯이 코팅층의 두께에 따른 파괴거동에는 큰 차이를 보이지 않아, 전반적으로 주어진 하중($P=2000\ \text{N}$)하에서는 큰 균열이 생성되지 않음을 알 수 있다. 다만 코팅층의 두께가 얇은 경우($d=100\ \mu\text{m}$) 계면에서 기판층으로 전파된 작은 균열이 보이고, 코팅층의 두께가 보다 증가한 경우($d=450\ \mu\text{m}$, $d=1200\ \mu\text{m}$) 표면에 형성된 손상영역(damage zone)을 관찰할 수 있다. 이에 반하여 part I에서 살펴보았듯이, mismatch가 큰 경우, 즉 30 wt%의 질화붕소가 첨가된 경우의 파괴거동은 Fig. 4에서 알 수 있듯이 동일조건에서 5 wt%의 경우와는 현저히 다른 결과를 보인다. 특히 코팅층의 두께가 상대적으로 얇을 경우($d=250\ \mu\text{m}$) 기

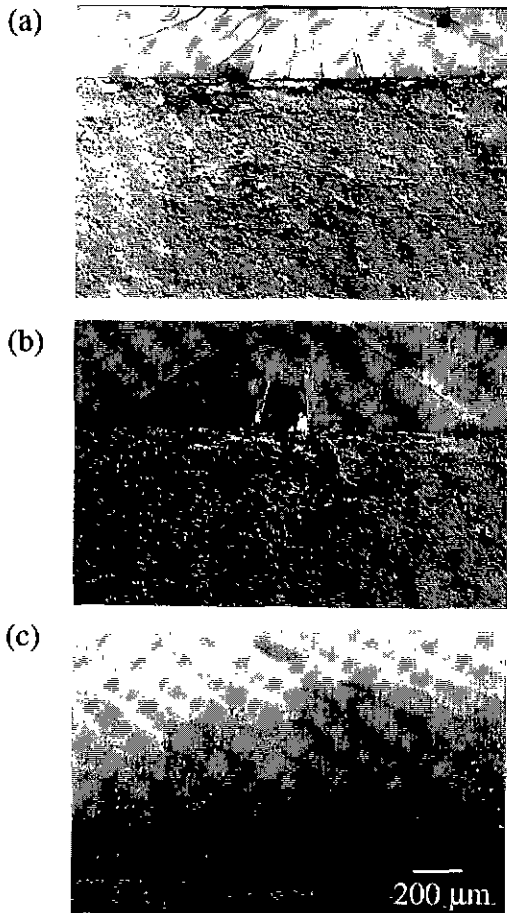


Fig. 4. Contact damage of Si_3N_4 -30wt%BN bilayer under $P=2000$ N with different coating thicknesses, (a) $d=250 \mu\text{m}$, (b) $d=450 \mu\text{m}$ and (c) $d=1000 \mu\text{m}$.

관층의 영향을 보다 많이 받는 사실에도 불구하고(Fig. 2의 결과), 코팅층의 파괴가 Fig. 3의 결과에 비해 현저함을 알 수 있다. 코팅층의 두께가 가장 얇은 경우($d=250 \mu\text{m}$) 계면으로부터 시작된 수직형 균열(transverse crack), 코팅층의 중앙부에서 시작되어 상하로 전파하는 S자 모양의 균열(shear crack), 재료 표면으로부터 시작하여 아래로 전파하는 원추형 균열(cone crack)이 모두 관찰되고 균열의 숫자와 밀도가 가장 높으며, 코팅층의 두께가 $d=450 \mu\text{m}$ 로 보다 두꺼워지면 역시 수직형 균열과 S자 모양의 균열이 관찰되지만 그 수와 밀도는 $d=250 \mu\text{m}$ 에 비해 보다 적다. 가장 두꺼운 코팅층을 갖는 이층 층상재료의 경우($d=1000 \mu\text{m}$), 이러한 균열들의 생성이 억제되고 표면부위에 shear stress에 의한 손상영역(damage zone)만이 관찰된다. 이와 같이 두 층간의 elastic/plastic mismatch가 큰 경우는 파괴에 끼치

Table 1. Maximum Tensile Stress under $P=2000$ N Contact Loading in Si_3N_4 -30wt%BN Bilayer with Different Coating Thickness

Coating thickness	250 μm	450 μm	1200 μm
Interface region	10.8 GPa	4.5 GPa	0.3 GPa
Surface region	3.0 GPa	2.8 GPa	3.0 GPa

는 코팅층의 두께의 영향이 매우 큼을 알 수 있다. 이러한 파괴 및 손상거동을 해석하기 위해 유한요소해석법(FEM)을 이용해 코팅층의 위(표면)부위와 아래(계면)부위의 최대 인장응력을 구하였으며, 그 결과를 Table 1에 나타내었다. 표에서 알 수 있듯이 $d=250 \mu\text{m}$ 의 경우 계면에서의 최대 인장응력(10.8 GPa)이 표면에서의 최대인장응력(3.0 GPa)보다 매우 크다. 따라서 기판층의 영향을 많이 받아 균열의 진전이 억제된다 하더라도 계면에 상대적으로 많은 인장응력이 걸리게 되므로 코팅층의 bending 현상을 초래하여 큰 파괴 및 손상거동을 유발함을 알 수 있다. $d=450 \mu\text{m}$ 로 코팅층의 두께가 증가하게 되면 계면부위(4.5 GPa)와 표면부위(2.8 GPa)의 최대 인장응력차가 $d=250 \mu\text{m}$ 의 경우에 비해 감소하므로 균열의 밀도가 감소하게 된다. 코팅층의 두께가 1200 μm 로 보다 증가하게 되면 bending stress의 감소에 의해 인장응력부위는 역전되어 계면부위(0.3 GPa) 보다 표면부위에 상대적으로 큰 인장응력(3.0 GPa)이 걸리게 되며, 이 응력은 원추형 균열을 개시시키기에는 낮은 응력이다. 즉 코팅층의 두께가 얇은 경우는 bending stress가, 두꺼운 경우는 Hertzian stress가 코팅층에 지배적으로 작용하여 서로 다른 파괴 및 손상거동을 야기시키는 것으로 생각된다. 이러한 파괴거동을 서로 비교해 보면(Fig. 3과 Fig. 4), 코팅층의 두께가 $d=100$ -250, 400-500 μm 의 경우는 mismatch가 낮은 5 wt%의 질화붕소가 첨가된 소결체가 파괴저항성이 보다 높다고 말할 수 있지만, $d=1000 \mu\text{m}$ 이상의 경우는 하중 $P=2000$ N 하의 조건에서 코팅층과 기판층간의 mismatch의 영향을 받지 않음을 알 수 있다. 즉 어느 두께 이상에서는 mismatch의 영향을 받지 않는다는 것을 의미하며, 이는 mismatch의 영향을 받는 어느 임계두께가 존재함을 시사한다.

가해준 하중($P=2000$ N)을 고정시키고 코팅층의 두께만을 다르게 한 각각의 이층 층상재료의 코팅층 내에서 유발된 균열들중 가장 큰 길이를 코팅층의 두께에 대해 Fig. 5에 도시하였다. 두 층간의 mismatch가 매우 적은 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -5wt%BN의 경우만 제외하고 기판층의 조성에 관계없이 코팅층의 두께에 따라 균열의 길이가 증가하다가 어느 두께에 이르게 되면 균열이 억제되는 현상이 관찰되었다. 이는 두 층간에 mismatch가 존재하

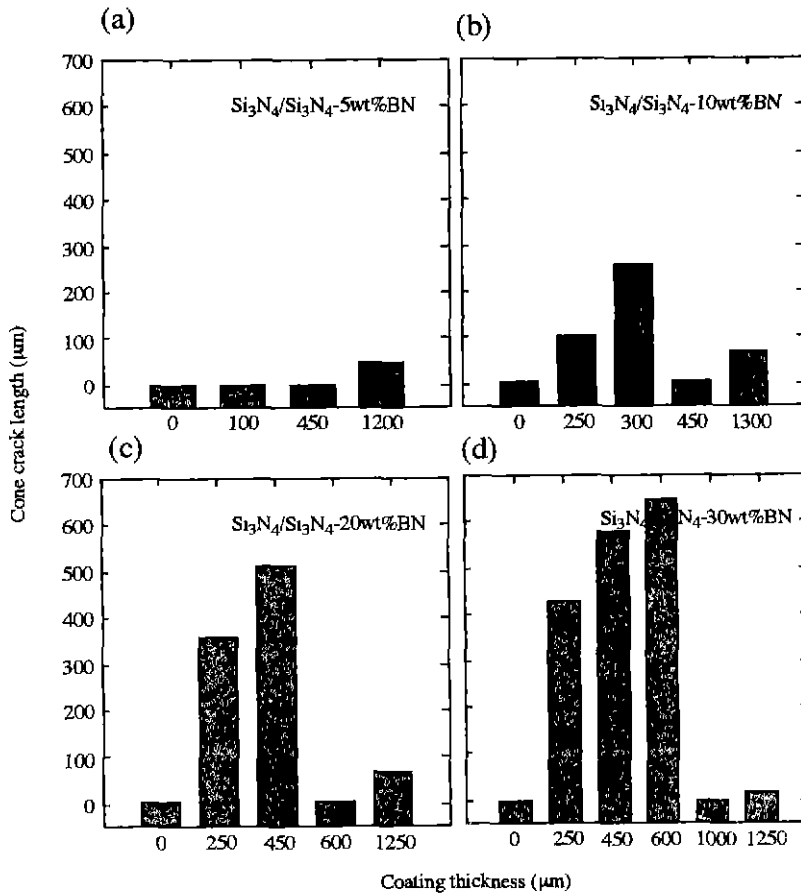


Fig. 5. Cone crack length under $P=2000$ N as a function of coating thickness in bilayer with different substrate composition. (a) $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -5wt%BN, (b) $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -10wt%BN, (c) $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -20wt%BN and (d) $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -30wt%BN.

는 재료에 있어서 균열의 생성을 억제하는 어느 임계두께가 존재함을 의미한다. 어느 임계두께까지는 mismatch에 의해 야기되어 시작된 균열이 대부분 계면 근처까지 진행되다가 억제되며, 임계두께에서는 이러한 균열들의 개시 자체가 억제된다. 이러한 임계두께는 그림에서 알 수 있는 바와 같이 코팅층과 기판층간의 elastic/plastic mismatch가 클수록, 즉 기판층 내의 질화붕소의 첨가량이 증가할수록 증가해야 함을 알 수 있다. 그 이유는 part I에서 살펴본 바와 같이 mismatch가 클 경우 계면의 최대인장응력이 표면응력 보다 증가하기 때문으로 계면의 인장응력을 감소시키기 위해서는 Table 1과 같이 코팅층의 두께증가가 수반되어야 하기 때문이다.

그러나 1000 μm 로 코팅된 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -30wt%BN의 경우 하중을 $P=4000$ N으로 증가시킨 경우, 하중 $P=2000$ N에서 관찰되지 않았던 큰 균열이 Fig. 6에서와 같이 pop-in되었다. 이는 낮은 하중에서 파괴를 일으키

지 않는 두꺼운 코팅층을 갖는 시스템이라 할지라도 파괴를 일으키는 어느 임계하중이 존재한다는 것을 의미한다. 따라서 코팅시스템에서 코팅층의 두께를 결정하는 중요한 요소중의 하나로서 재료의 사용환경이 추가로 고려되어야 함을 알 수 있다. 즉 재료에 얼마나 큰 하중이 걸리는 환경인지를 고려하여 코팅층의 두께를 설계하여야 한다. 하중을 $P=4000$ N으로 증가시켰을 때 각각의 이중 층상재료 시스템에 대해 두께 변화에 따른 가장 큰 균열의 해당 길이 데이터를 Fig. 7에 나타내었다. Fig. 5과 Fig. 7의 (a),(b)를 서로 비교해 볼 때 하중이 증가할 경우 균열의 생성을 억제시키는 임계두께는 증가해야 함을 알 수 있고, mismatch가 매우 큰 경우 ($\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -20wt%BN와 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -30wt%BN) $P=4000$ N의 큰 하중 하에서는 더욱 두꺼운 ($d \geq 1250$ μm) 코팅층이 요구되어야 함을 유추할 수 있다.

최종적으로 코팅층과 기판층간의 elastic/plastic mismatch가 상대적으로 가장 작았던 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -5wt%



Fig. 6. Contact damage under $P=4000$ N in $1000 \mu\text{m}$ Si_3N_4 coated Si_3N_4 -30wt%BN composites (Note the vertical crack and large cone crack).

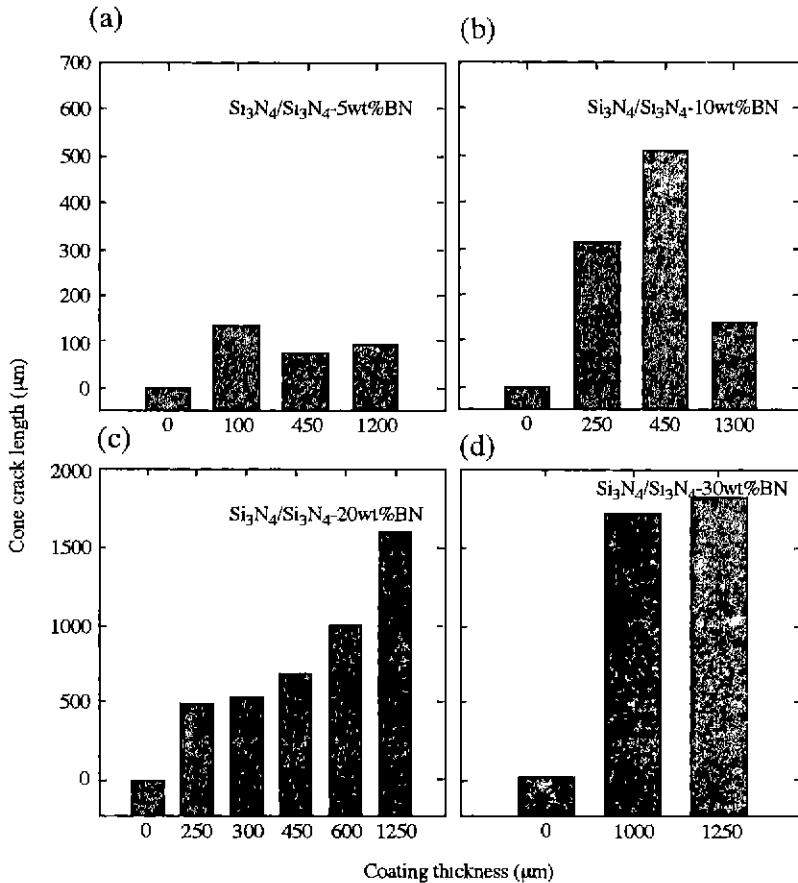


Fig. 7. Cone crack length under $P=4000$ N as a function of coating thickness in bilayer with different substrate composition. (a) Si_3N_4 -5wt%BN, (b) Si_3N_4 -10wt%BN, (c) Si_3N_4 -20wt%BN and (d) Si_3N_4 -30wt%BN.

BN의 경우 파괴의 진전이 가장 억제되었으며 따라서 균열의 생성을 방지하기 위해서는 mismatch를 낮출 필요가 있음을 알 수 있고, mismatch가 큰 시스템의 경우에는 보다 두꺼운 코팅층이 필요함을 알 수 있다.

4. 결 론

두 층간의 elastic/plastic mismatch가 서로 다른 Si_3N_4 이층 증상재료에서 코팅층의 두께가 파괴에 미치는 영향

을 알기 위해 각 재료의 코팅층 두께를 100-1300 μm 범위 내에서 조정하였다. 두께가 조정된 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ 각각의 재료에 대해 Hertzian indentation 방법을 이용, 압축응력을 재료표면에 가한 후 파괴양상을 고찰한 결과, 코팅층의 파괴를 방지하기 위한 임계두께는 두 층간의 mismatch가 커질수록 증가해야 함을 알아내었다.

또한 각각의 이층 층상재료에 대해 하중을 증가시킨 후 비교실험을 실시한 결과, 가해진 하중이 증가할수록 이러한 요구 임계두께는 증가해야 한다는 사실을 밝혀 내었다.

따라서 상대적으로 soft한 재료에 hard한 층을 코팅할 경우 압축응력에 의한 코팅층의 파괴를 방지하기 위해서는 코팅층의 두께를 어느 임계두께로 조정해야 할 필요성이 있으며, 이 임계두께는 두 층간의 elastic/plastic mismatch와 재료에 가해지는 하중(재료의 사용환경)에 의해 결정되어야 한다.

감사의 글

본 연구는 재료계면공학 연구센터의 지원으로 미국 표준 과학연구소(NIST)의 B.R. Lawn 박사와의 공동연구로서 수행되었음에 깊은 감사를 드리며, FEM 분석을 행하여 준 NIST의 Sataporn Wuttiphan에게 감사드립니다.

REFERENCES

1. E. H. Lutz and M. V. Swain, "Fracture Toughness and Thermal Shock Behavior of Silicon Nitride-Boron Nitride Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**(1), 67-70 (1992).
2. W. Sinclair and H. Simmons, "Microstructure and Thermal Shock Behavior of BN Composites," *J. Mat. Sci. Lett.*, **6**, 627-9 (1987).
3. N. P. Padture and B. R. Lawn, "Fatigue in Ceramics with Interconnecting Weak Interfaces: I. Fabrication, Microstructure and Indentation Behavior," *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**(9), 2209-16 (1993).
4. K. Holmberg and A. Matthews, "Coatings Tribology," Tribology Series, 28, ELSEVIER, Amsterdam, Netherlands, (1994).
5. S. Wuttiphan, B. R. Lawn and N. P. Padture, "Crack Suppression in Strongly-Bonded Homogeneous Laminates: A Study on Glass/Glass-Ceramics Bilayers," *J. Am. Ceram. Soc.*, **79**(3), 634-40 (1996).
6. A. C. Fischer-Cripps and B. R. Lawn, "Stress Analysis of Contact Deformation in Quasi-Plastic Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **79**(10) 2609-18 (1996).
7. A. C. Fischer-Cripps, B. R. Lawn, A. Pajares and L. Wei, "Stress Analysis of Elastic-Plastic Contact Damage in Ceramic Coatings on Metal Substrates," *J. Am. Ceram. Soc.*, **79**(10) 2619-25 (1996).
8. K. S. Lee, S. Wuttiphan, X. Z. Hu, S. K. Lee and B. R. Lawn, "Contact-Induced Transverse Fractures in Brittle Layers on Soft Substrates. A Study on Silicon Nitride Bilayers," *J. Am. Ceram. Soc.* (in press).
9. A. Pajares, L. Wei, B. R. Lawn and C. C. Berndt, "Contact Damage in Plasma-Sprayed Alumina-Based Coatings," *J. Am. Ceram. Soc.*, **79**(7), 1907-14 (1997).