

Ni-Al-Al₂O₃ 분산도금 거동 및 피막 특성

이상백·윤정모·이근·박형호·설경원
전북대학교 금속공학과

Dispersion Plating Behavior of Ni-Al-Al₂O₃ and Characteristics of The Plated Film

Sang-Back Lee, Jeong-Mo Yoon, Ye-Kun Lee, Hyeoung-Ho Park, and Kyung-Won Sul
Metallurgical engineering, Chonbuk National University,

Dispersion plating behavior of Ni-Al-Al₂O₃ onto mild steel(SPCD) substrates from Ni plating bath containing Al and Al₂O₃ particles was investigated under different conditions of bath composition and current density. Ni plating without particles was used as reference behavior. Deposition rate of Ni plating with Al and Al₂O₃ particles decreased with increasing current density($>15\text{A/dm}^2$) and that of Ni plating with Al₂O₃ particles was lower than the others. The surface morphology and images of the as-plated Ni based composite film were investigated by using SEM-EDS and Image Analyser while the structure was studied by using X-ray diffractometer. For single-particle bath, it was seen that Al and Al₂O₃ particles were agglomerated and area percent of Al₂O₃ on plating surface was decreased with increasing current density while that of Al on plating surface increased. On the other hand, in case of double-particle bath with Al 1.25g/l and Al₂O₃ 5g/l, the area percent of Ni-Al-Al₂O₃ was increased with increasing current density and the surface morphology was fine without agglomeration. When the co-deposited film was annealed, intermetallic compounds such as γ' and $\gamma+\gamma'$ phases were appeared, which had an effect on the improving of corrosion by using potentiodynamic method in 3% NaCl solution.

Keywords : Dispersion plating, agglomeration, intermetallic compounds, Co-deposited, potentiodynamic method.

1. 서 론

전기도금분야에서 기능도금(Functional plating) 또는 Engineering plating은 종래의 장식도금 또는 방식도금과는 달리 도금층의 기능적인 요소에 중점을 두고 그의 특성에 따라서 새로운 용도를 개척하고 있다. 도금층의 특성은 한 개 또는 2개 이상의 기능적 요소에 의해서 결정되나, 단일 금속

의 도금에 의한 방법과 합금도금 또는 분산도금(dispersion plating) 등에 의해서 그의 기능을 얻을 수 있는 경우도 있다.

분산도금은 전기도금이나 무전해도금 피막 중에 미립자리를 분산시켜서 도금하는 것을 말한다. 이 제조 기술은 1960년대에 개발되기 시작하였고, 도금 피막의 내마모성, 내열성, 내식성, 윤활성, 비점착성 등을 향상시켜 새로운 공업재료의 용도로 널리

사용되고 있다.

분산도금은 도금액에 10μm 이하의 Al₂O₃, Cr₂O₃, 다이아몬드, SiC, TiN, 테프론, 흑연, 콜로이달 실리카 등의 미립자를 분산시켜 액을 교반하면서 미립자가 부유하여 도금이 될 때 같이 붙어서, 즉 분산되어 도금이 되는 것을 말하며, 이 도금층에는 금속 기지에 미립자가 분산된 복합피막을 이루게 되므로 복합도금(複合鍍金)이라고도 한다.¹⁾

본 연구에서는 Ni 전해욕에 Al 분말과 Al₂O₃ 분말을 첨가한 후, 모재(SPCD) 위에 분산 도금시켜 SEM, XRD 등을 통하여 도금층을 관찰하고, 열처리에 따른 도금층 조직 변화 양상을 조사하였다. 또한 제조된 시편들과 스테인레스 409L의 내부식성을 비교하였다.

2. 실험방법

본 연구에서 사용된 시편은 SPCD 판재(POSCO, 1mm)로, 10×20mm로 절단하여 경면연마 한 후, 아세톤으로 초음파탈지 및 수세, 건조 후 사용하였다. 기본 Ni 도금욕(Ni 반광택욕)조성과 실험 조건은 Table 1에 나타냈다.

전해조는 음극실과 양극실이 glass filter로 분리된 500ml 용량의 유리제로서, 항온조를 이용하여 일정온도를 유지하였고, 양극은 백금판(Pt, 10×20mm), 음극은 SPCD 시편을 사용하여 극간 거리는 30mm로 고정하였다. 음극은 사용하기에 앞서 시편 한 면만을 도금하기 위해 구리 도선을 납땜하여 연결하고 피도금면을 제외하고는 에폭시계수지로 피복하였다. Table 2는 Ni도금욕에 첨가된 Al, Al₂O₃ 분말들의 특성을 나타낸 것으로서 상기 분말들을 Ni 도금욕에 각각 0.5~5g/ℓ 까지의 범위로 첨가시켰다.

한편 본 실험에서는 열처리에 의한 도금층의 조직변화를 관찰하기 위해 상기와 같이 제조된 도금시편을 Three Zone Type의 Tube Furnace에서 600℃, 10% H₂+N₂ 분위기에서 1~30hr 열처리를 실시하였다.

소정의 실험이 종료된 시편에서 도금 표면에 부착된 Al, Al₂O₃, Al-Al₂O₃ 입자들의 면적점유율 및

표면 양상은 Image analyser(Image Analysis Program, model : BMI plus/ CCD Camera : Toshiba/Optical Microscope : NICKON)를 이용하여 조사하였으며, 도금층 표면 및 단면에서 성분분석 및 형태학적 관찰을 위해 SEM-EDS(Electron Probe X-ray Micro Analysis, JSM-6400/Soft. Link ISIS Operator's Guide Rev. 3.0) 및 XRD분석(X-ray diffractometer, RIGAKU/USA, model D/max-111A, soft. v. 2.8)을 실시하였다. XRD분석은 Cu Target을 이용하여 40kV, 30mA에서 step size 4°/min의 scan speed의 조건으로 하였다.

또한 본 실험에서 제조된 시편과 비교 재료인 bare SPCD, 스테인레스 409L 시편들의 내부식성 정도는 Potentiostat/Galvanostat(model EG & G 273A)를 이용하여 동전위분극법(potentiodynamic method)으로 비교, 평가하였다. 분극시험시 사용된 전해액은 0.3% NaCl 수용액이었으며, 25℃에서 자연부식전위가 평형을 이를 때 실험을 개시하였다. 이 때 기준전극으로는 Ag/AgCl 전극을 사용하여 주사속도를 1mV/sec의 조건으로 -1800~1000mV 범위에서 분극거동을 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 도금 속도

Fig. 1은 Ni 도금욕에 분산제로 Al, Al₂O₃ 분말을 각각 2.5g/ℓ 첨가했을 때, 전류밀도 변화에 따른 Ni, Ni-Al 및 Ni-Al₂O₃의 도금속도를 나타낸 것으로 전류밀도에 비례하여 증가하는 경향을 나타냈다. 그러나 Ni 단일도금과 비교해 볼 때, Al이나 Al₂O₃ 분산제를 첨가하여 복합도금을 실시한 경우

Table 1. Experimental conditions of Ni-Al-Al₂O₃ dispersion plating

NiSO ₄ ·6H ₂ O	225~300g/ℓ
NiCl ₂ ·6H ₂ O	53~60g/ℓ
H ₃ BO ₃	35~40g/ℓ
sulfree 80 (N.25235)	100mL/ℓ
pH	4.0(±0.5)
Temperature	50℃(±0.2℃)
Agitation speed	450 r.p.m

Table 2. The specifications of Al and Al_2O_3 powder

Al_2O_3 powder	Al powder
Average particle size : $0.03\mu\text{m}$	Particle size range : $1 \sim 4\mu\text{m}$
Purity : 99.99%	Purity : 99.4%
Impurity levels : max. Si 25, Fe 19, Mg 4, Cu 1 p.p.m	

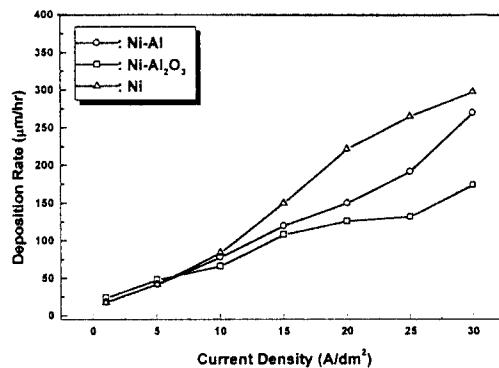


Fig. 1. Deposition rate of Ni, Ni-Al, Ni-Al₂O₃ with current density.

도금속도의 증가가 둔화 됐음을 알 수 있다. 특히 Al_2O_3 를 첨가한 복합도금의 경우, $15\text{A}/\text{dm}^2$ 이상의 전류밀도에서 도금속도의 증가폭이 상대적으로 감소하고 고전류밀도에서 더욱 감소됨이 관찰되는데 이는 비전도성인 Al_2O_3 입자들이 음극표면에서 Ni 이온의 전기화학적 환원을 방해하기 때문으로 사료된다.²⁾

3.2 Al, Al_2O_3 면적점유율

Fig. 2, 3은 Ni 도금욕에 Al 및 Al_2O_3 분산체를 단독 첨가했을 때, 분산체 첨가량과 전류밀도 변화에 따른 도금면에서의 Al 및 Al_2O_3 입자들의 면적점유율을 나타낸 것이다.

Al 분말을 단독 첨가한 Fig. 2의 경우, Al 분산체가 0.5, 1.25g/l 첨가된 전류밀도 $15\text{A}/\text{dm}^2$ 조건에서 면적점유율의 증가가 다소 지연되는 것 외에는, 전반적으로 전류밀도 및 첨가량이 증가할수록 도금면에서 Al 부착 면적 점유율도 증가함을 나타냈다.

반면 Al_2O_3 분말을 단독 첨가한 Fig. 3에서는 동일 전류밀도에서는 Al_2O_3 첨가량이 증가함에 따라 면적

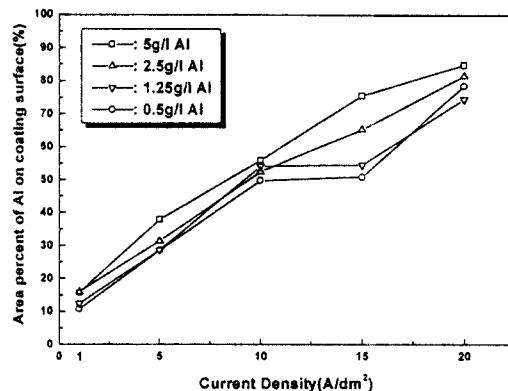


Fig. 2. Area percent of Al on coating surface with current density and bath loadings of Al powder.

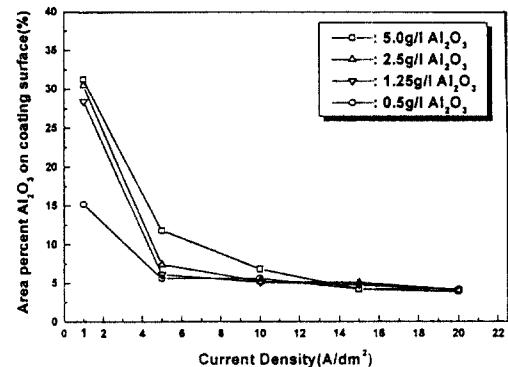


Fig. 3. Area percent on coating surface of Al_2O_3 with current density and bath loadings of Al_2O_3 powder.

점유율도 $15\text{A}/\text{dm}^2$ 이상의 전류밀도에서는 Al_2O_3 첨가량의 영향이 거의 없었다. Fig. 2의 Al을 도금 욕 중에 첨가할 때와는 달리 Al_2O_3 를 첨가한 경우에는 $5\text{A}/\text{dm}^2$ 의 전류밀도까지 급격히 감소하고 $5\text{A}/\text{dm}^2$ 이상의 전류밀도에서는 Al_2O_3 의 면적점유율은 거의 변화가 없는 경향을 나타냈다.

이처럼 분산체로 Al_2O_3 를 단독 첨가한 경우에 전류밀도가 증가할수록 Al_2O_3 의 면적점유율이 감소하는 것은 저 전류밀도에서 Al_2O_3 입자들이 욕 전압 증가(electrostatic power)나 도금욕의 교반력에 의한 기계적 힘에 의해 어느 정도 부착이 가능하지만, 고 전류밀도에서는 비전도성의 Al_2O_3 입자

Fig. 4. Surface morphology (using image analyser) with current density at bath loading of Al 5.0g/ℓ. (A) 1A/dm², (B) 10A/dm², (C) 15A/dm², (D) 20A/dm².

가 Ni 도금욕에서 Ni이온이 음극으로의 환원을 방해하며, 이러한 영향은 전류밀도가 증가할수록 Ni 도금속도의 감소와 Fig. 3에서 보듯 Al₂O₃입자들의 면적 점유율도 전류밀도가 증가할수록 감소하는 경향을 나타냈다.

이러한 결과는 K. BARMAK의 실험 결과²⁾와 잘 일치하고 있으며, 본 실험의 경우 Al과 Al₂O₃ 각각의 부착 면적점유율을 비교해 볼 때, Al은 최저 10%에서 최고 80% 이상의 면적점유율을 보여 준 반면, Al₂O₃는 최저 4%에서 최고 30% 정도의 면적 점유율을 나타냈다.

Fig. 5. Surface morphology (using image analyser) with current density at bath loading of Al₂O₃ 5.0g/ℓ. (A) 20A/dm², (B) 15A/dm², (C) 10A/dm², (D) 1A/dm².

Fig. 4, 5는 분산제인 Al 및 Al₂O₃ 첨가량이 각각 5.0g/ℓ일 때, 전류밀도 변화에 따른 도금표면에서 Al 및 Al₂O₃의 도금 부착양상을 image analyser로 나타낸 것이다.

분산제로 Al을 사용한 Fig. 4의 경우 전류밀도가 증가할수록 도금표면에서 Al의 부착량이 증가된다면, Al₂O₃ 분산제를 사용한 Fig. 5에서는 전류밀도가 증가함에 따라 Al₂O₃의 도금부착량이 감소되었음이 관찰된다. 그러나 분산제로 Al₂O₃를 사용하여 전류밀도 1A/dm² 조건하에서 얻어진 시편의 경우 (Fig. 5(D)), 비록 Al을 단독 첨가한 경우 (Fig. 4)보다는 도금 부착량이 상대적으로 적지만 동일한

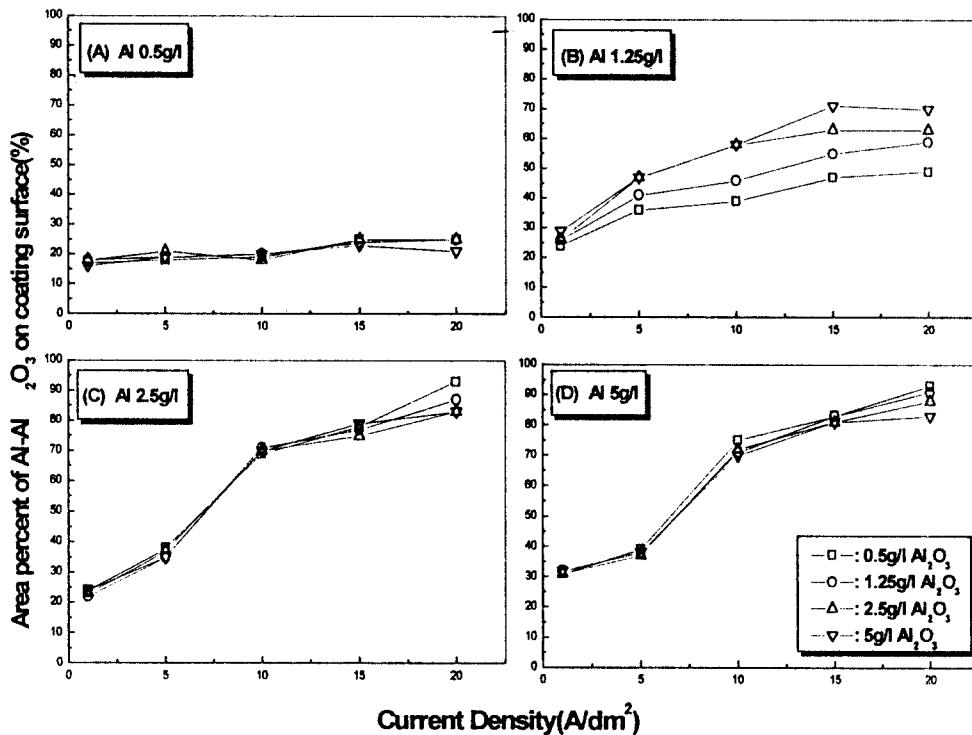


Fig. 6. Area percent of Al-Al₂O₃ on coating surface with current density and bath loadings of Al-Al₂O₃ powder.

Al₂O₃ 분산체를 사용하여 전류밀도를 10~20A/dm²로 증가시킨 후 얻어진 Fig. 6(C)~(A)의 도금양상과 비교해 볼 때 높은 표면 부착량을 나타냈다. 이러한 결과는 Al₂O₃ 분산체의 경우, 상대적으로 낮은 전류밀도에서 면적 점유율이 높았던 Fig. 2, 3의 결과와 잘 일치하고 있다.

또한 Al 및 Al₂O₃ 분산체를 단독 첨가했을 경우 Fig. 4, 5에서 보듯, 도금표면에 입자들의 웅집현상이 관찰되었으며, 이러한 현상은 Al₂O₃, 1A/dm² 조건 하에서 얻어진 시편에서 더욱 현저하였다(Fig. 5(D)). 이는 앞서 설명하였듯이 비전도성인 Al₂O₃ 입자들이 도금욕에서 이온들의 환원에 의해 부착이 되는 것이 아니라 욕전압 증가 또는 도금욕의 교반력에 의한 기계적 힘에 의해 부착이 되기 때문에 도금표면에서의 균일한 도금을 기대할 수 없을 것으로 사료된다. 한편 K. BARMAK 등은 도금욕내에서 분산체를 균일하게 분산, 분포시킬 수 있도록 교반력을 조절하거나, 미세 분산체 및 첨가

제 등을 사용함으로서 이러한 웅집현상을 줄일 수 있다고 보고한 바 있다.

Fig. 6은 Ni 도금욕에 Al과 Al₂O₃ 분말을 혼합, 분산도금 시켰을 때, 첨가량과 전류밀도 변화에 따른 Al-Al₂O₃ 입자들의 표면 면적점유율을 나타낸 것이다.

그럼에서와 같이 Al의 첨가량과 전류밀도가 증가할수록 도금층 표면에서 Al-Al₂O₃ 입자들의 면적점유율은 증가하였으며, 상대적으로 높은 전류밀도에서는 Al₂O₃ 첨가량이 적을수록 Al-Al₂O₃ 면적점유율이 증가하는 경향을 나타냈다. 그러나 Al을 1.25g/l 첨가한 Fig. 6(B)에서는 다른 조건과 달리 Al₂O₃ 첨가량이 증가함에 따라 Al-Al₂O₃의 면적점유율이 증가하는 경향을 나타냈다. 이러한 양상은 도금욕에 첨가된 Al과 Al₂O₃ 입자들이 서로 상반된 전기적 성질을 갖고 있기 때문에 서로의 음극 부착을 방해하는 역할을 하지만, 도금욕 내에 적절한 양의 분산체가 함유될 경우 서로의 음극

부착에 대한 방해 영향을 감소시킬 수 있음을 시사하고 있다. 물론 동일 도금욕에 전도성과 비전도성을 나타내는 분산체를 혼합하여 첨가할 경우, 분산체와 전해욕의 성질, 전류밀도, 교반, 욕온도 등의 여러 전기 화학적 및 기계적 변수에 따라서 분산도금에서 분산체의 적절한 임계수준에 대한 수치적 해석은 다소 복잡해질 것은 분명하나, 도금욕에서 전기적으로 서로 상반된 Al과 Al₂O₃ 분산체들이 혼합된 경우에도 이들의 적정량을 첨가한다면 양호한 복합 분산도금이 이루어질 수 있을 것으로 판단된다.

Fig. 7은 Fig. 6(B), 15A/dm² 전류밀도 조건 하에서 얻어진 시편의 도금 표면의 SEM 사진이다. 그림에서 볼 수 있는 것처럼 Al₂O₃ 첨가량이 증가할수록 Al-Al₂O₃ 표면 조직이 미세화 되는 양상을 나타냈으며, Fig. 4, 5에서 보여주었던 것처럼 Al, Al₂O₃ 분산체를 단독 첨가했을 경우 발생했던 입자들의 응집현상의 감소가 Fig. 7(C), (D)에서 확인된다.

따라서 이러한 결과로부터 동일 도금욕 내에 Al과 Al₂O₃를 단독으로 첨가했을 때는 전류밀도 또는 첨가량의 증가에 의해 도금표면에서 입자들의 응집현상이 발생하였으나, Al-Al₂O₃ 분산체를 혼합하여 첨가할 경우 Al과 Al₂O₃ 입자들의 상호 견제작용에 의해 도금 표면에서 입자들의 응집현상의 감소와 더불어 도금표면의 미세화도 유도할 수 있을 것으로 판단된다. 즉, Ni 도금욕 내에서 분산체로 혼합 첨가된 Al과 Al₂O₃ 입자들은 비록 서로의 음극 전착 또는 부착을 방해하는 역할을 하지만, 도금욕내에 적정비율의 Al과 Al₂O₃ 분산체가 함유될 경우 서로의 상호 견제작용에 의해 Al-Al₂O₃ 입자들의 표면 응집현상의 감소 및 피도금 표면의 균일 전착을 기대할 수 있을 것으로 판단된다.

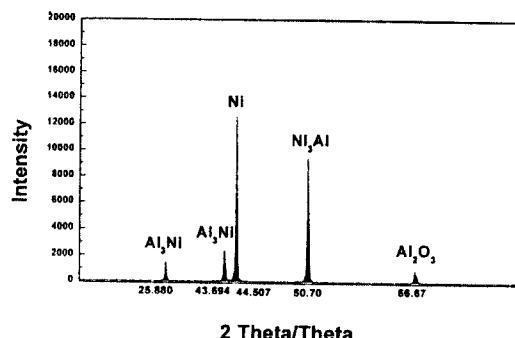
3.3 소둔후 조직변화

Fig. 8은 분산체로 Al과 Al₂O₃를 각각 2.5g/ℓ 혼합 첨가하여 15A/dm² 전류밀도 조건 하에서 소정의 도금 공정이 완료된 시편에 대해 600℃에서 열처리 시간에 따른 시편표면의 형태를 보여준 SEM사진이다.

Fig. 8(A)는 1시간 동안 열처리 한 시편의 표면

Fig. 7. SEM images with bath loadings of Al₂O₃ at bath loading of Al 1.25g/ℓ and current density 15A/dm². (A) Al₂O₃ 0.5g/ℓ, (B) Al₂O₃ 1.25 g/ℓ, (C) Al₂O₃ 2.5g/ℓ, (D) Al₂O₃ 5g/ℓ.

으로서 Fig. 7(C)에서 보여주었던 도금표면에서의 조밀한 입자들이 그림과 같이 원자군화 되면서 길쭉한 모양의 세포 형상으로 변화되었음이 관찰된다. 또한 열처리 시간이 증가됨에 따라 이러한 조직들은 더욱 조밀화 되었으며, 30시간 열처리 후에 얻어진 시편에서는 이러한 조밀화 조직들이 사라지면서 비교적 평坦한 도금표면을 얻을 수 있었으나, 도금표면에서 일부 퍽트가 관찰되었다. 이러한 퍽트는 장시간 동안의 열처리 과정에서 도금표면에 존재한 Al의 내부확산이나 비교적 큰 Al₂O₃ 입



2 Theta/Theta

Fig. 9. X-ray diffraction patterns of specimen on Al 2.5g/l, Al_2O_3 2.5g/l, current density 15A/ dm^2 , 600°C, 30hr annealing conditions.

Fig. 8. SEM images with annealing time at 600°C, current density 15A/ dm^2 in bath loadings of Al 2.5g/l and Al_2O_3 2.5g/l. (A) 1hr, (B) 10hr, (C) 30hr.

자들이 도금 표면에서 이탈되었기 때문으로 사료된다.

Fig. 10은 Fig. 8(C)의 조건 하에서 얻어진 시편의 도금 표면에서의 XRD 분석 결과이다. 순수 Ni과 Al_2O_3 는 물론 Al_3Ni , Ni_3Al 의 금속간 화합물 회절 피크가 관찰되었으며, 특히 $\text{Ni}_3\text{Al}(\gamma')$ 은 γ 상(Ni)에 Al이 고용된 형태 또는 $\gamma-\gamma'$ 2상이 혼합된 형태로 존재하고 있음이 확인되었다.

Fig. 10은 Fig. 8의 시편들에서 열처리 시간의 증가에 따른 도금 단면층의 양상을 image analyser로 관찰한 사진이다. 그림에 나타난 바와 같이 열처리 시간이 증가함에 따라 모재와 도금층 사이에 내부 확산층이 형성되었으며, 열처리 시간이 증가함에 따라 내부 확산층의 두께도 증가하였다. 즉, 1시간 열처리에서 얻어진 시편인 Fig. 10(A)에서는 도금층과 모재와의 2층이 형성되었으나, 열처리 시간이 증가함에 따라 Fig. 10(B)와 같이 내부 확산층과 더불어 3층이 공존됨이 관찰되

Fig. 10. Cross-sectional images (using Image Analyser) microscopic photographs with annealing time at 600°C after deposition on Al 2.5g/l, Al_2O_3 2.5g/l bath loadings and current density 15A/ dm^2 conditions. (A) 1hr (B) 10hr (C) 30hr.

며, Fig. 10(C)에서는 이러한 내부 확산층이 더욱 증가된 반면 도금층의 두께는 상대적으로 감소되었음을 알 수 있다.

의 금속간화합물 상으로 구성이 됨을 알 수 있다. 또한 모재로 향하는 III층(point ④)은 대부분 Ni로 구성되었다.

따라서 이러한 분석 결과, 분산제로 Al과 Al₂O₃를 혼합 첨가하여 얻은 도금시편에 열처리를 실시함으로서 도금층에 형성된 Al을 내부로 균일하게 확산시킬 수 있을 뿐 아니라 내부에 존재하는 Ni의 외부확산에 의해 도금층과 모재 사이에 금속간화합물로 구성된 내부 확산층을 유도하여 열처리를 행하지 않은 시편에 비해 우수한 내식성을 보일 것으로 판단된다.

3.4 내부식성 평가

Fig. 12는 25°C, 0.3% NaCl 수용액에서 주사속도를 1mV/sec로 하여 -1800mV에서 1000mV 범위에서 동전위 분극시험을 실시한 결과이며, 기본 도금욕 조성인 Ni 도금욕에 분산제로 Al을 2.5g/ℓ, Al₂O₃를 2.5g/ℓ 혼합, 분산시켜 15A/dm²의 전류밀도에서 450초 동안 복합 도금시킨 후, 600°C에서 10시간(sample 1), 30시간(sample 2)동안 소둔 처리하여 얻어진 시편들과 非소둔 시편(sample 3), bare SPCD 및 스테인레스 409L의 내부식성을 비교하였다.

Fig. 12의 평형전위를 보면 스테인레스 409L이 가장 귀한 전위값을 보이면서 뚜렷한 부동태 거동을 나타냈지만, 본 실험에서 얻어진 시편 (1), (2), (3) 모두 스테인레스 409L과 비슷한 평형전위값에 근접함은 물론, 양분극영역에서 부동태영역이 더욱 안정적인 거동을 보였으며, 평형전위 값은 거의 비슷하나 열처리 시간이 큰 순서로 모재인 SPCD와 비교시 내부식성이 현저히 개선됨을 알 수 있다.

10시간 동안 열처리를 실시한 시편 (2)에서 초기 부동태화는 뚜렷히 발생하였으나, 그 후 부식이 급속히 진행됨이 관찰되었다. 반면, 30시간 동안 열처리를 실시한 시편 (1)의 경우에 있어서는 비록 시편 (2)와는 달리 초기 부동태 과정이 뚜렷하지는 않지만 다단계로 부식 속도가 지연되는 양상을 나타냄으로서 방식 효과가 양호함이 확인되었다. 이는 앞선 실험결과에서 언급하였던 것처럼 10시간 동안의 열처리의 경우 비록 도금 피막 외층

Point 1			Point 2		
Element	Element %	Atomic %	Element	Element %	Atomic %
Al k	85.42	85.24	Al k	74.6	74.87
Ni k	2.43	2.16	Ni k	16.4	15.8
O k	6.42	5.35	O k	8.2	8.38
Fe k	5.76	7.25	Fe k	0.8*	0.95*
Point 3			Point 4		
Element	Element %	Atomic %	Element	Element %	Atomic %
Al k	14.25	14.79	Al k	1.48	0.93
Ni k	78.4	77.9	Ni k	97.4	97.9
O k	7.4	7.35	O k	0.03*	0.01*
Fe k	0.05*	0.04*	Fe k	1.15	1.18

Fig. 11. SEM-EDS analysis of cross-sectional layer for the specimen annealed at 600°C, 30hr after deposition on Al 2.5g/ℓ, Al₂O₃ 2.5g/ℓ bath loadings and current density 15A/dm² conditions.

Fig. 11은 Fig. 10(C)의 조건에서 얻어진 시편의 횡단면을 SEM-EDS로 분석한 결과이다. I 층은 도금재의 최외곽층으로서 대부분이 Al으로 구성되어 있으나 일부 Al₂O₃ 분말이 공존되어 있었으며, 장시간 열처리에 의해 도금층이 흑회색으로 변화했다. II 층은 Ni과 Al이 공존하는 중간층으로 point ②는 element%와 atomic%가 대략 Al:Ni=4.5:1, point ③은 Al:Ni=1:4.5 정도의 성분이 분석된 결과로 유추해 볼 때, Al₃Ni, Ni₃Al 등

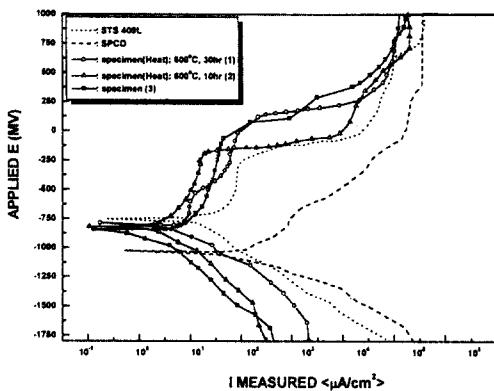


Fig. 12. Potentiodynamic polarization curves of STS 409L, SPCD and specimens on Al 2.0g, Al_2O_3 2.0g and current density $15\text{A}/\text{dm}^2$ conditions.

에 형성된 Al, Ni, Al_2O_3 각각의 원소들에 의해 초기 부동태화가 쉽게 발생하나 그 이후 부식이 빠르게 진행되는 것으로 판단된다.

이와는 달리 30시간의 열처리에서는 비록, 초기 부동태의 과정이 뚜렷하지는 않지만, γ' , $\gamma' + \gamma$ 의 금속간화합물 및 합금층에 의해서 부식속도가 저연되는 것으로 사료된다.

따라서 이러한 내부식성 실험 결과, 복합 분산도금 시편에 열처리를 실시함으로서 효과적인 내식성을 부여하리라 판단된다.

4. 결 론

$\text{Ni}-\text{Al}-\text{Al}_2\text{O}_3$ 분산도금의 결과, 다음과 같은 결론을 내릴 수 있었다.

1) Ni 도금욕에 Al, Al_2O_3 분말을 첨가제로 가해 주면 도금속도는 저하되었으며, 특히 Al_2O_3 는 상대적으로 낮은 도금속도를 나타냈다.

2) Ni-Al의 경우 전류밀도와 Al 분산량이 증가할수록 도금면의 Al의 부착 면적점유율은 증가하였으나, $\text{Ni}-\text{Al}_2\text{O}_3$ 의 경우에는 분산량에는 비례하나, 전류밀도가 증가할수록 부착면적점유율이 감소하였다.

3) $\text{Ni}-\text{Al}-\text{Al}_2\text{O}_3$ 에서 Al은 전류밀도와 분산량에 비례하여 부착 면적점유율이 증가했지만, Al_2O_3 분산량을 증가시킬 경우 동일 전류밀도에서 $\text{Al}-\text{Al}_2\text{O}_3$

의 면적 점유율은 감소했다. 또한 Al과 Al_2O_3 입자들을 서로 공존시킴으로서 도금표면에서 Al과 Al_2O_3 입자들의 응집현상이 감소했다.

4) 제조 시편의 소둔 처리에 의해 γ' 또는 $\gamma' + \gamma$ 의 금속간화합물이 생성되었으며, 이러한 금속간화합물에 의해서 스테인레스 409L 등의 재료에 근접한 부식양상을 보임은 물론, 부식속도가 감소되는 효과가 있음을 나타냈다.

후 기

이 논문은 1999년도 전북대 학교의 지원 연구비에 의하여 연구되었음.

References

- Hee-Taek Yum, Metal Surface Treatment, p. 57 (1988).
- K. Barmak, S. W. Banovic, C. M. Petronis, D. F. Susan and A. R. Marder, *Journal of Microscopy*, 185, 265 (1997).
- Bazzard, R. & Boden, P. J. *Trans. Inst. Metal Finishing*, 50, 63 (1972).
- Celis, J. P., Roos, J. R. and Buelens, C., *J. Electrochem. Soc.*, 134, 1402 (1987).
- A. Argyrion and N. Spyrellis, *Trans. Inst. Metal Finishing*, 71, 83 (1993).
- X. M. Ding, N. Merk and B. Ilsschner, *FGM '94. Proc. 3rd Int'l Symp.* 365 (1995).
- Y. D. Lee and S. H. Park, *Bull. of the Korean Inst. of Metal & Materials*, 6 No. 1 (1993).
- G. Kirchner, T. Nishizawa and B. Uhrenius, *Met. Trans A* 4, 167 (1973).
- K. Kawatani, M. Sato, J. Iwai and Y. Muraoka, *Nissin Steel Tech. Report* 50, 96 (1984).
- N. Hiramatsu, *Mat. Sci. Eng.* 120, 319 (1989).
- S. Y. Hwang, B. G. Seong and M. C. Kim, *Bull. of the Korean Inst. of Met. & Mater.* 6, No. 2 (1993).
- M. Yamanaka, *CAMP-ISIJ* 4, 1784 (1991).
- M. Yamanaka, *Iron and Steel* 73, S1193 (1987).
- M. Yamanaka, *Sheet Metal Industrials*, Jan. (1978).