

## Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>복합체막의 특성

김호남, 리경수, 김명훈

위대한 수령 김일성 동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《새로운 과학분야를 개척하며 최신과학기술의 성과를 인민경제에 널리 받아들이기 위한 연구사업을 전망성있게 하여야 합니다.》(《김일성전집》 제72권 292페이지)

현재 우주항공 및 자동차공업, 기계제작공업 등이 발전함에 따라 부분품들의 정밀도와 정결도에 대한 요구성이 더욱 높아지고있으며 따라서 높은 굳기와 내마모성, 내부식성을 가진 부분품들이나 공구들에 대한 요구성도 높아지고있다. 높은 굳기와 내마모성을 요구하는 재료들의 개발은 여러가지 합금이나 금속분말들과 경질재료분말들을 복합소결 또는 복합 피복의 방법으로 실현하고있다. 복합피복은 PVD, CVD, 전기화학적방법[1-5]으로 실현할 수 있다.

우리는 화학적도금법에 의한 Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>복합체막을 제조하고 복합체막의 조성과 그 특성을 고찰하였다.

화학적도금법에 의한 Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>복합체막의 제조방법은 다음과 같다.

시편기관으로서 탄소공구강(HRC60)을 리용하였으며 도금하기 전에 먼저 기관을 결면세척하였다. 표 1과 같은 조성의 도금용액(pH 5.5, 85°C의 온도)에서 자석교반기로 교반하면서 복합도금을 진행하였다. 경질재료의 하나인 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>분말은 행성식 불분쇄기에서 초기 30min동안은 건식분쇄하고 에틸알콜과 시료를 1 : 1 질량비로 혼합하여 습식분쇄하였다.

표 1. Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>복합도금액의 조성과 함량

조성	함량/(g·L <sup>-1</sup> )
NiSO <sub>4</sub> ·6H <sub>2</sub> O	30
CH <sub>3</sub> COONa·3H <sub>2</sub> O	17
NaH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> ·H <sub>2</sub> O	20
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 분말(100nm이하)	20

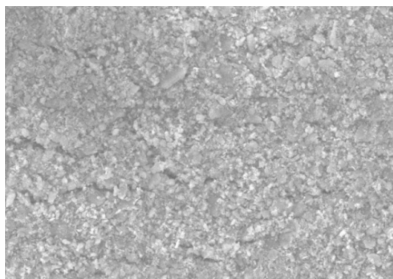


그림 1. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>분말의 SEM사진

3h동안 습식분쇄하여 얻은 초미세경질분말(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>분말)의 SEM사진은 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 3h동안 습식분쇄한 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>분말은 응집상태로서 약 0.3μm이하이다.

크기가 작아질수록 알갱이들의 응집이 강해지므로 분쇄한 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>경질립자분말을 매체교반기에서 증류수와 2mm 크기의 유리알과 섞어서 1h동안 교반하여 응집상태의 알갱이들을 분산시킨 다음 복합도금을 진행하였다.

Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>복합체막의 XRD도형은 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 표 1의 조건에서 얻어진 도금층은 열처리하지 않았을 때 거의 무정형상이며 다만 2θ=44° 근방에서 Ni의 (111)회절선에 대응한 위치에서 약간의 무딘 봉우리가 나타났다. 선행연구결과[2]와 우의 실험결과로부터 도금층속에는 미세한 Ni결정들이 존재한다는것을 알수 있다.

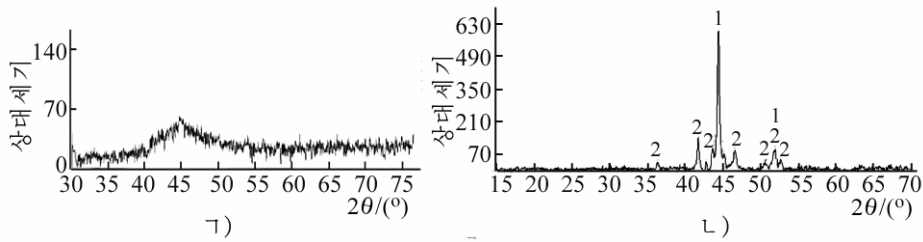


그림 2. Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>복합체막의 XRD도형  
 ㄱ) 열처리하지 않은 도금시편, ㄴ) 400°C에서 열처리한 시편  
 1-Ni결정의 회절선, 2-Ni<sub>3</sub>P결정의 회절선

또한 400°C의 온도에서 열처리할 때에는 Ni의 (111)회절선과 새로운 경질상인 금속간 화합물 Ni<sub>3</sub>P의 회절선들이 나타났다. 이로부터 400°C의 열처리에 의하여 무정형상으로부터 Ni의 결정구조(립방구조)와 금속간화합물 Ni<sub>3</sub>P의 결정구조(정방구조)로 넘어갔다는것을 알 수 있다. 그리고 도금층속에는 Ni가 약 47질량%이며 Ni<sub>3</sub>P가 약 53질량% 포함되어있다는것을 알 수 있다. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>에 해당하는 회절선들이 나타나지 않은것은 나노급의 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>분말들이 도금층속에 미세하게 분산되어있고 그 포함량이 XRD도형에는 나타나지 않을 정도로 아주 작기(약 3질량%이하)때문이라고 볼 수 있다.

다음으로 비커스경도기(《430SVA》)를 리용하여 도금층의 굳기를 측정하고 Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합체막의 마모특성을 고찰하였다.

마모시험은 SiC연마지(16~13μm)를 붙인 원판을 회전시키면서 복합도금층을 입힌 크기가 10mm×20mm인 시편을 일정한 힘(5N)으로 누르면서 4min동안 같이시험을 한 후 시편의 마모량을 측정하는 방법으로 진행하였다. 시편의 마모량을 전자천평(《HZK-FA210》)으로 측정하였다.

열처리온도와 분위기에 따르는 Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>복합체막의 굳기와 마모특성은 표 2와 같다. 시편번호 1-3은 Ni-P도금시편들이며 시편번호 4-6은 Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>복합체막시편들이다.

표 2. 열처리온도와 분위기에 따르는 Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>복합체막의 굳기와 마모특성

시편번호	열처리온도/°C	분위기	비커스굳기(HV) (kg · mm <sup>-2</sup> )	록웰굳기(HRC)	마모량/( · 10 <sup>-4</sup> g)
1	0	—	787	64.1	—
2	400	H <sub>2</sub>	1 336	73.2	—
3	400	N <sub>2</sub>	1 221	72.3	—
4	0	—	853	66.0	—
5	400	H <sub>2</sub>	1 546	75.5	54
6	400	N <sub>2</sub>	1 312	73.0	25

표 2에서 보는바와 같이 Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>복합체막의 굳기가 Ni-P도금층에서보다 전반적으로 증가하였다. 그것은 경질재료인 나노Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>분말(수%)의 립자분산강화에 의한것으로 볼 수 있다. 한편 질소속에서 열처리한 복합도금층의 마모량은 수소속에서 열처리한것에 비하여 절반이나 작다. 이로부터 수소속에서 열처리하는 경우 굳기가 질소속에서 처리한 경우보다 조금 증가하지만 내마모성은 상당히 낮아진다는것을 알 수 있다. 즉 열처리분위기에 따라서 복합체막의 물리력학적특성량들이 변한다.

## 맺 는 말

열처리하지 않은 Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>복합체막은 미결정의 Ni를 포함하는 무정형상으로서 400℃에서 열처리하면 미결정의 Ni가 성장하며 경질상의 새로운 Ni<sub>3</sub>P금속간화합물상들이 핵형성되고 여기에 미량의 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>분말이 분산된 결정구조이다. 열처리하지 않은 Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>복합체막의 굳기는 HV853kg/mm<sup>2</sup>(HRC66)이며 질소와 수소속에서 열처리한 경우에 각각 HV1 312kg/mm<sup>2</sup>(HRC73), HV1 546kg/mm<sup>2</sup>(HRC75.5)이다.

Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>복합체막의 내마모성은 질소속에서 열처리한 경우에 수소속에서 열처리한 경우보다 약 2배 높다.

## 참 고 문 헌

- [1] 김수립 등; 물리, 4, 13, 주체101(2012).
- [2] Tohru Watanabe; Nano-Plating, Elsevier, 430~460, 2004.
- [3] O. Glenn et al.; Electroless Plating, AESF, 210~230, 2000.
- [4] Wei Huang et al.; Surface & Coatings Technology, 18791, 2013.
- [5] H. Yahia et al.; Int. J. Electrochem. Sci., 9, 1942, 2014.

주체106(2017)년 12월 5일 원고접수

## On the Properties of Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Film

*Kim Ho Nam, Ri Kyong Su and Kim Myong Hun*

We manufactured Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite films by the chemical plating method and experimentally found its properties. The results show that microhardnesses of Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite films heat-treated in N<sub>2</sub> and H<sub>2</sub> are HV1 312kg/mm<sup>2</sup>(HRC73) and HV1 546kg/mm<sup>2</sup>(HRC75.5) respectively, and the wear resistance of the former is 2 times higher than that of the later.

Key words: Ni, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, composite film