

.....
論 文
.....

Al-SiC_f 복합재료에서 보강재의 coating 처리가 젖음성에 미치는 영향

김균영, 이경구, 최담천, 이도재

A Study on Wetting Behaviors of Al-Coated SiC_f Composite

Kyun-Young Kim, Kyung-Ku Lee, Dap-Chun Choi and Doh-Jae Lee

Abstract

SiC fibers were coated with Cu, Ag and Ni metallic thin films by magnetron sputtering in order to improve wetting properties between Al matrix and SiC fiber. The wetting behavior of metal coated SiC fiber by pure Al has been studied at 670°C ~ 900°C range for 10~90 min. under vacuum atmosphere. Besides, the effect of coated film thickness on the wettability has been investigated. The wetting behavior and interfacial reaction between Al and SiC fibers were analysed with optical microscope and SEM (scanning electron microscope).

The wetting behavior of the as-received SiC fiber with Al melt was not uniform, indicated by the contact angles from less than 90° to more Al melt was appeared in the initial stage of reaction. It was considered that the metallic thin film played an important role in reducing the interfacial free energy and breaking down the aluminum oxide film by eutectic reaction with Al melt. However the wettability of Ni coated SiC fiber was not improved as much as that of Cu or Ag coated SiC fiber.

The improvement of wettability by coating thickness is clearly showed in 1μm coated SiC fiber compared with 0.25μm coated SiC. (Received March 17, 1994)

1. 서 론

복합재료는 현재 주목을 받고 있는 여러 신소재들 중에서 그 실용화가 빠른 시일에 이루어진 재료로서, Al₂O₃와 SiC 섬유를 보강재로 하고 알루미늄을 기지조성으로 한것이 현재 가장 많이 연구개발 및 응용되고 있으며, 비강도가 높고 경량이라는 장점을 지니고 있어 기존 철제품의 대체용으로 사용되고 있다. 알루미늄을 기지로 사용하여 복합재료를 제조할 경우, 알루미늄표면의 산화피막이 보강재와 기지금속간의 젖음성(wettability)을 저하시키므로, 젖음성을 개선시키기 위해서는 계면반응을 통하여 산화피막을 배제시

키거나 알루미늄과 산화피막의 열팽창계수 차이 등 응력에 의하여 산화피막이 파괴되어야 한다[1].

Al-SiC 복합재료 제조시, 자발적인 젖음을 위해서는 알루미늄 표면의 산화피막이 붕괴되는 잠복시간(incubation period)이 필요하고, 젖음이 진행될 때까지의 시간이 오래 걸리므로 알루미늄과 SiC 섬유의 계면반응에 의하여 생성된 알루미늄 탄화물인 Al₄C₃가 SiC 섬유내로 불연속적인 형상으로 성장된다. 이때문에 SiC 섬유 표면의 손상이 일어나고 기지와 보강재간의 열팽창계수의 차이 등에 의해 계면에서 응력집중 현상이 초래되어 섬유가 쉽게 파괴되므로 복합재료의 물성을 저하시키게 된다[1,2]. 이와같은 문제점

전남대학교 금속공학과(Dept. of Metallurgical Eng., Chonnam National University)

을 해결하는 방법으로 계면반응물을 생성시키는 과도한 계면반응을 억제하고, 낮은 온도에서 알루미늄의 산화피막이 빠른 시간에 붕괴되도록 하는 것이 중요하며[3], 산화피막을 제거하는 방법으로는 고상선 이상의 온도에서 가압하는 방법(hot pressing), 알루미늄 합금을 사용하거나 활성원소를 첨가하는 방법[4], 보강재에 금속원소를 피복하는 방법[5]등의 세가지 방법이 중점적으로 연구되어지고 있다. 그리고 보강재에 대한 피복원소로 경제적인 면에서 유리하고 기지금속인 알루미늄과의 공정반응 온도가 알루미늄의 융점 이하로 다른 원소에 비해 비교적 낮은 Cu, Ag 또는 Ni 등이 가장 많이 연구되고 있다[6].

본 연구에서는 알루미늄 기지와 보강재인 SiC 섬유간의 젖음성을 개선하기 위한 방안으로 SiC 섬유 표면에 고주파 마그네트론 스퍼터링 장치를 이용하여 Cu, Ag 및 Ni 금속박막층을 각각 형성시켜 열처리 온도, 시간 및 박막두께를 달리하여 Al-SiC 복합재 시료를 제조한 후 금속박막의 종류 및 두께에 따른 젖음거동을 조사하였다.

2. 실험방법

2.1 사용시료

본 실험에서 기지조성으로 사용한 알루미늄은 순도 99.99%인 직경 5mm의 선(日本 高純度 化學研究所)을 사용하였고, 보강재로 사용한 섬유는 화학 증착법으로 제조된 직경 140 μ m의 피복되지 않은 β -SiC 섬유(미국 AVCO Co.)로서 회사에서 제시한 물리적 특성은 Table 1과 같다.

Table 1. Typical properties of Avco's SiC fiber.

Filament diameter	-140 μ m(5.6Mils)
Cross sectioned shape	-Round
Density	-3.0g/cc(0.11lb/in ³)
Tensile strength	-350-455kg/mm ² (500-650ksi)
Modulus	-43kg/mm ² 10 ⁻³ (62Msi)
Coefficient of thermal expansion	-2.7 \times 10 ⁻⁵ in/in- ^o F

Fig. 1은 SiC 섬유의 XRD(X-ray diffractometry)분석 결과이며, 이 결과로부터 SiC 섬유는 입방정계의 결정구조를 가지고 있는 것을 알

수 있으며, (111)면에서 peak 강도(intensity)가 특히 크게 나타난 것으로 보아 화학증착법(CVD)으로 제조된 SiC 섬유는 일반적으로 성장 방향성이 뚜렷하다는 것을 알 수 있다.

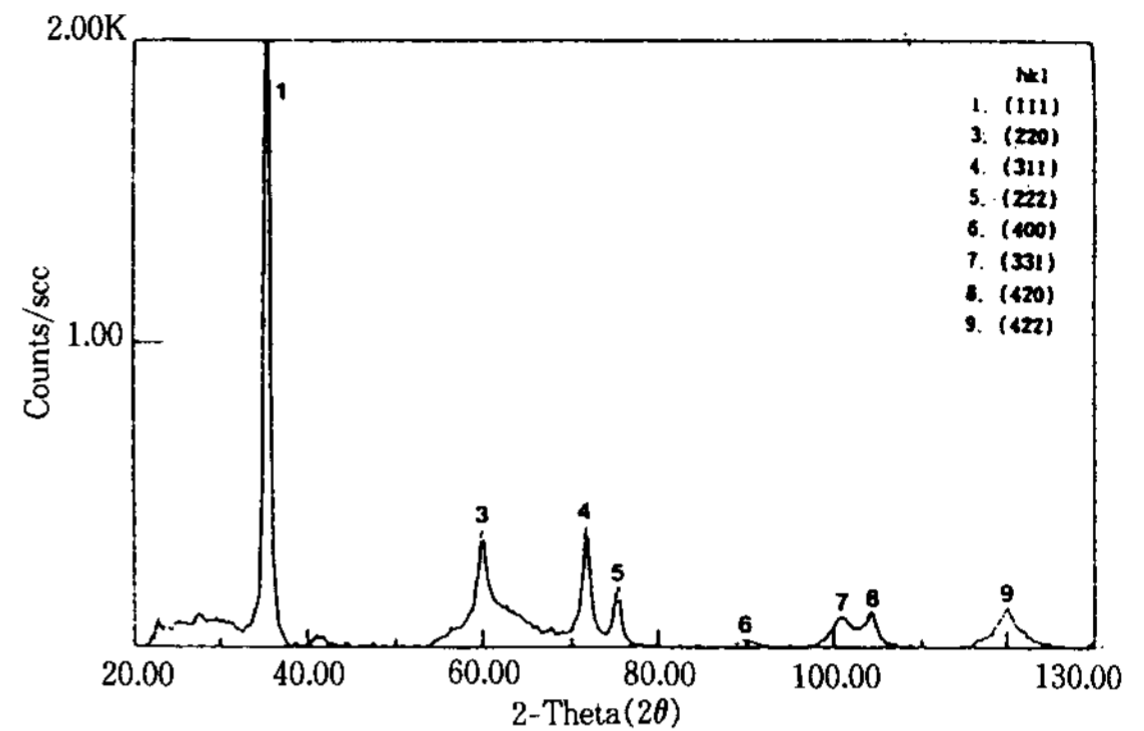


Fig. 1. XRD analysis of an as-received SiC fiber.

2.2 SiC 섬유표면에 금속박막 형성

SiC 섬유 표면에 박막층 형성을 위한 금속으로서는 알루미늄과 박막원소간의 이성분계 상태도에서 알수 있는 바와같이 알루미늄 융점보다도 낮은 온도에서 공정액상을 형성하여 열처리시 저온에서 빠른시간 안에 젖음성을 억제하는 알루미늄 산화피막을 배제 시켜 순수한 알루미늄과의 젖음성을 향상시키는[7] Cu, Ag 및 Ni을 사용하였다.

SiC 섬유 표면에 금속박막층 형성은 고주파 마그네트론 스퍼터링장치(대룡진공(주))를 이용하였으며, 3 \times 10⁻⁶torr의 진공으로 유지한 후, 아르곤 압력을 7mtorr로 하여 증착하였다. 일반적으로 SiC 섬유에 대한 금속박막층 형성은 균일하지가 않았으며 이와같은 문제점을 해결하기 위해 회전원판에 SiC 섬유를 타겟과 평형하게 접촉시킨 후, SiC 섬유를 회전시키면서 균일하게 피복이 되도록 하였다. 금속박막층의 소재가 되는 타겟은 도금용 전극으로 사용되는 Cu와 Ni판을 실험실에서 4인치 크기로 자체 가공하여 사용하였고, 박막층을 형성시킨 후 SiC 섬유를 1.5cm간격으로 절단하여 주사전자현미경으로 두께를 측정후 박막층의 두께가 비교적 균일한 부분을 사용하였다. 타겟의 표면은 대기중에 노출될 경우 대기중의 수분에 의해 오염될 수가 있으

므로 이와같은 문제점을 해결하기 위해 10분 동안 예비 스퍼터링을 하여 불순물이 SiC 섬유 표면에 형성되는 것을 억제하였으며, 스퍼터링 시간을 2분과 20분으로 하여 SiC 섬유 표면에 형성된 금속 박막층의 두께를 달리 하였다. SiC 섬유에 피복된 금속박막층의 두께는 액체질소에 SiC 섬유를 침지시킨 후 파단하여 주사전자현미경으로 관찰하였다.

2.3 열처리 시편 준비

열처리를 위한 시편 준비는 먼저 알루미늄을 무게 0.3g, 크기 5mmφ×5mmH의 원통형으로 가공하여 중앙에 1mm의 구멍을 뚫은 후 10%의 수산화 나트륨 수용액에 담가 알루미늄 표면의 산화피막층과 불순물을 최대한 제거하였으며, 표면에 부착될 수 있는 나트륨 이온을 제거하기 위하여 흐르는 물에서 세척하고, 알코올에서 초음파 세척하였다. 이와같이 준비된 알루미늄은 SiC 섬유와의 젖음성을 관찰하기 위해 Fig. 2와 같은 알루미늄의 구멍에 SiC 섬유 2개를 끼웠으며, 알루미늄의 표면장력으로 인해 발생하는 섬유의 부상을 방지하기 위해 그 위에 흑연제 뚜껑을 씌운 뒤, 상부와 하부를 텅스텐 선으로 SiC 섬유 사이를 한번 끼워 묶어 알루미늄 도가니에 장입하였다. 준비된 시편은 열처리 온도와 시간에 따른 젖음성을 관찰하기 위해 진공로(centorr : 미국)를 이용하여 5×10^{-7} torr의 진공 분위기중에서 온도는 670, 800 및 900°C까지, 시간은 10, 30 및 90분까지 변화시키면서 열처리하였다. 노내의 온도는 정확성을 유지하기 위해 Al(99.99%),

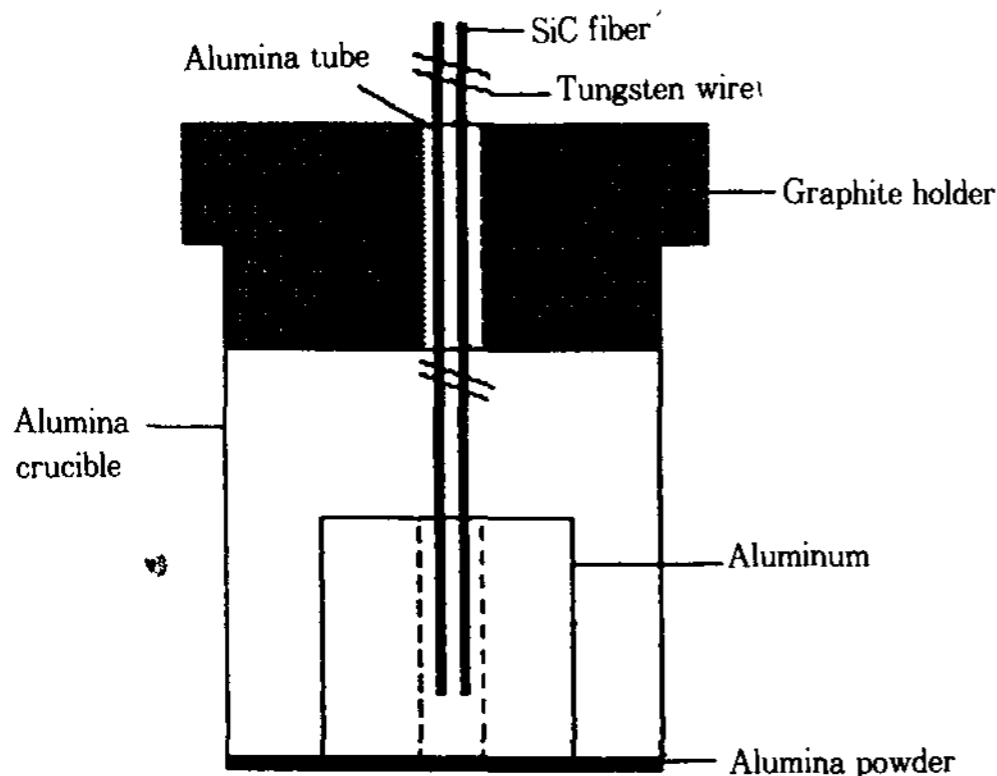


Fig. 2. Schematic diagram of sample holder.

Cu(99.999%)의 순금속을 노에 장입하고 분당 1°C씩 승온하여 육안으로 금속이 용융될 때의 온도를 용융점으로 간주하였고, 이를 2~3회 반복하여 확인하였다. 열처리시 진공로의 상태나 시편 위치에 따라 온도차가 크므로 항상 동일한 조건에서 실험이 이루어 지도록 하였으며, 실험 중간에 수시로 노내를 청정하게 한 다음 재차 온도를 보정하여 실험하였다.

3. 결과 및 고찰

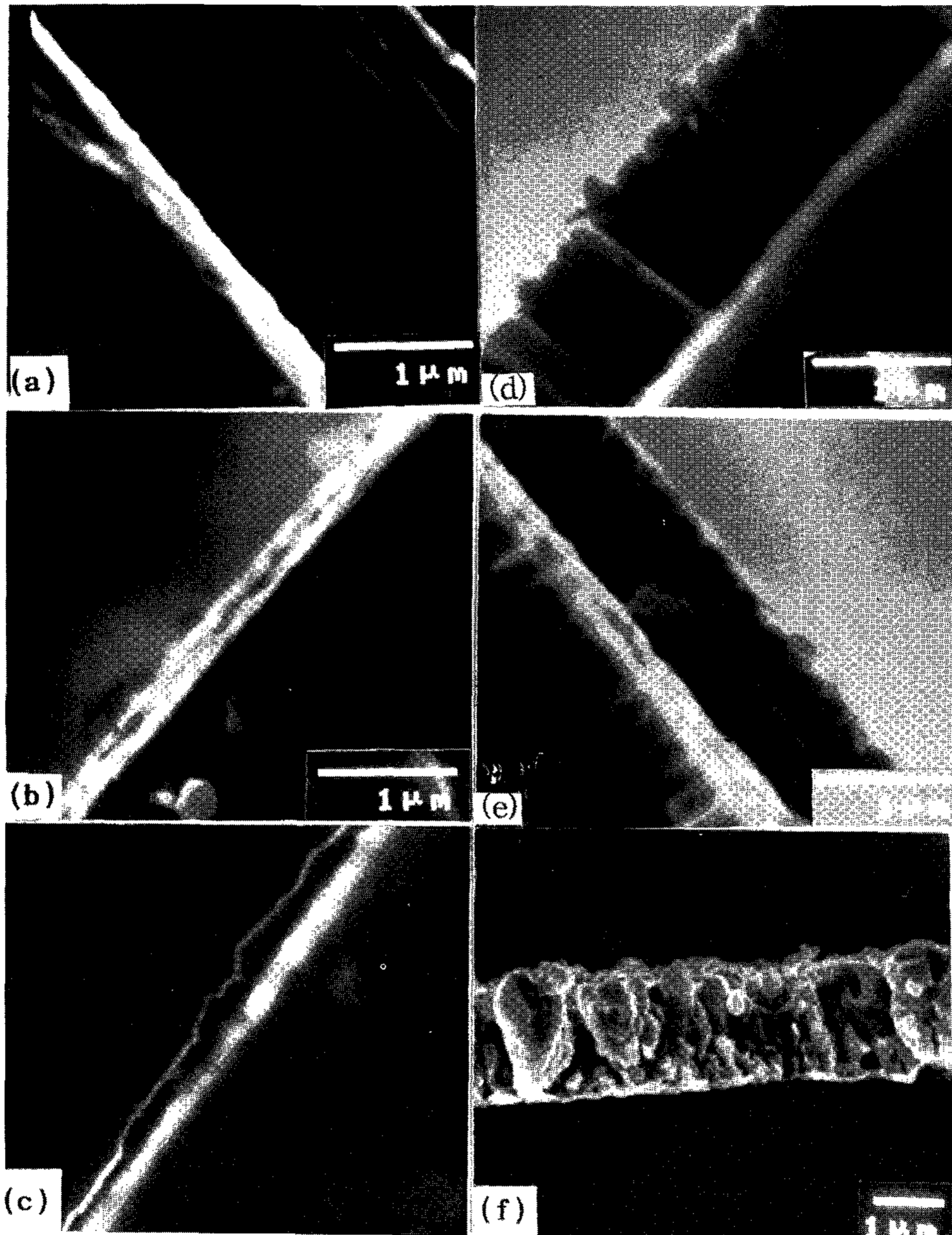
3.1 금속박막층의 형상

Photo 1은 고주파 마그네트론 스퍼터링 장치를 이용하여 SiC 섬유 표면에 Cu와 Ni금속박막층을 형성시킨 후 피복된 섬유를 액체질소에 침지시킨 다음 파단하여 SEM으로 관찰한 결과이다. Photo 1(a,b,c)는 2분 동안 스퍼터링한 경우로서 사진에서 나타난 바와 같이 박막층은 물결 무늬 모양을 보이고 있으며, Cu의 박막두께는 0.25μm, Ni는 0.226μm, Ag는 0.275μm인 것을 알 수 있다. Photo 1(d,e,f)는 20분 동안 스퍼터링한 경우로서 박막두께가 Cu는 1.2μm, Ni는 0.8μm, Ag는 약 2μm정도로 두꺼워 졌으며 비교적 박막두께가 균일하고, 박막성장 모양이 주상정으로 성장하였다는 것을 알 수 있었다.

사진에서 Ag박막의 성장모양이 Cu, Ni와는 약간 다른 형태로 성장하였는데, 이것은 Ag원자가 Cu, Ni 원자보다 크고 증착속도가 Cu보다 1.4배 정도 빠르기 때문으로 생각된다.

3.2 열처리 온도에 따른 젖음성 변화

Photo 2는 열처리 온도변화에 따라 젖음성이 어떻게 변하는가를 관찰하기 위해 열처리 온도를 670°C에서 900°C까지 변화시키면서 접촉각을 관찰한 결과이다. 금속박막을 입히지 않은 SiC 섬유와 금속박막을 입힌 SiC 섬유를 알루미늄에 삽입한 후 열처리 하였을때 알루미늄과 SiC 섬유의 계면에서의 접촉각은 박막원소에 따라서 각각 다르게 나타났으며, 그 차이는 알루미늄 용융 온도 직상인 670°C에서 뚜렷하게 나타났다. Photo 2(a)는 피복하지 않은 SiC 섬유를 670°C에서 10분간 진공중에서 열처리한 시편의 주사전자현미경 사진으로 사진에 나타난 바와 같이



Phot 1. SEM micrographs of SiC fibers coated with (a) $\text{SiC}_{\text{Cu}(0.25\mu\text{m})}$, (b) $\text{SiC}_{\text{Ni}(0.225\mu\text{m})}$, (c) $\text{SiC}_{\text{Ag}(0.275\mu\text{m})}$, (d) $\text{SiC}_{\text{Cu}(1.2\mu\text{m})}$, (e) $\text{SiC}_{\text{Ni}(0.8\mu\text{m})}$, (f) $\text{SiC}_{\text{Ag}(2.0\mu\text{m})}$.

접촉각은 모세관 내림 형태를 보여주고 있으며 접촉각도 90도 이상으로 좋지 않았다. Photo 2 (b)는 900°C에서 10분간 열처리한 사진으로서 알루미늄과 SiC 섬유가 접촉한 부위는 모세관 오름 형태로 젖음성이 약간 향상됨을 알 수 있었다. 이 결과는 피복하지 않은 SiC 섬유의 경우 900°C 이상의 온도에서 접촉각이 90도 이하로 감

소한다는 여러 연구자들의 보고와 일치하고 있다 [8]. 그리고 SiC 섬유 주위를 따라 접촉각이 부분적으로 차이가 있었는데 이것은 Nutt 등 [9]이 보고한 연구 결과와 같이 화학증착법(CVD)으로 제조된 SiC 섬유는 표면에 규소, 탄소 및 산소가 해리된 상태로 존재하여 알루미늄이 SiC 섬유 표면의 해리탄소와의 반응에 의해 알루미늄 탄화

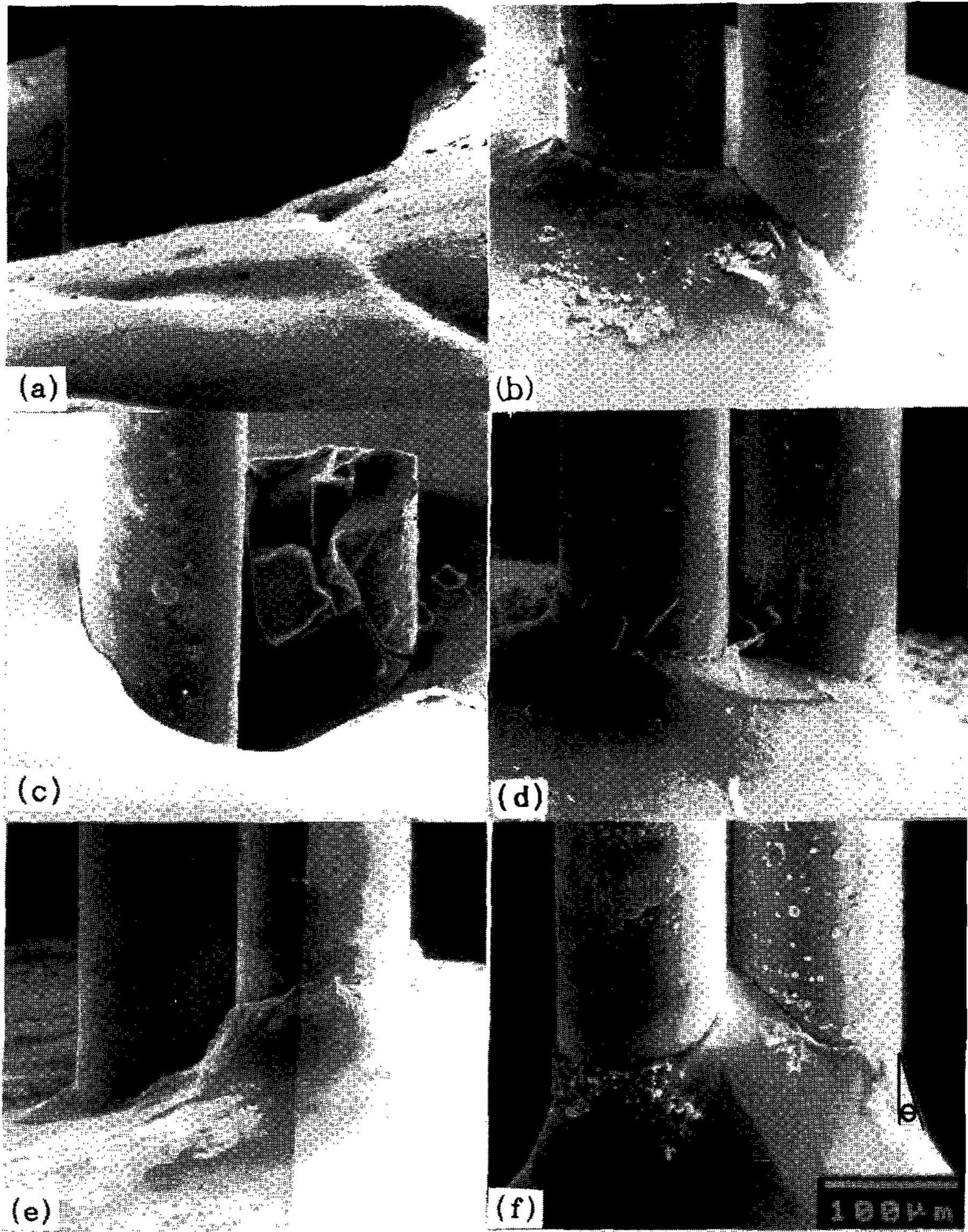


Photo 2 SEM micrographs of Al-SiC_f composites with temperature. The specimens are heat-treated at 670°C for 10min. (a,c,e) and 900°C for 10 min.(b,d,f) in vacuum.(a,b) Al-SiC_f. (c,d) Al-SiC_{Ni(0.225µm)}. (e,f) Al-SiC_{Cu(1.2µm)}.

물이 불균일하게 생성되면서 접촉되었기 때문으로 판단되며, 이 알루미늄 탄화물은 SiC 섬유 내부로 불연속적으로 성장하여 섬유의 물성을 저하시키는 것으로 알려져 있다[10]. Photo 2(c)는 0.225µm의 Ni 박막을 입힌 SiC 섬유를 670°C에서 10분간 열처리한 사진으로서 피복하지 않았을 경우와 마찬가지로 젖음성이 좋지 않았지만

온도를 900°C로 상승시킨 Photo 2(d)에서는 알루미늄과 SiC 섬유 계면에서 모세관 오름 형태로 변화하여 젖음성 개선됨을 보여주고 있다. 이와같은 Ni 박막의 경우 반응 초기에 젖음성 개선이 나타나지 않은 것은 Al-Ni의 이성분계 상태에서 알 수 있는바와 같이 $L \rightleftharpoons Al_3Ni + (Al)$ 의 공정반응 온도가 639.9°C로 높고 공정반응으

로 생성되는 중간상의 용점이 854°C로 높아 이 중간상이 계면반응을 억제시키기 때문으로 생각되며, 열처리 온도가 900°C로 증가할 때 젖음성이 개선이 나타나는 것으로 보아 Ni가 피복된 섬유를 사용하여 복합재료를 제조할 경우, Al-Ni간에 생성될 수 있는 중간상의 용점 이상으로 열처리 하여야 한다는 것을 알 수 있다. Photo 2(e)는 Cu 박막을 0.25 μm 피복한 후 알루미늄과 복합하여 670°C에서 10분간 열처리한 주사전 자현미경 사진으로 알루미늄의 용융점 직상인 670°C에서도 계면의 접촉각이 90도 이하로 개선되었으며, 온도를 900°C로 상승시킨 Photo 2(f)에서는 사진중 θ 로 표시된 부분에서 알 수 있는 바와같이 접촉각이 20도 이하로 현저하게 개선되었다. Ag박막을 피복시킨 경우에는 사진으로 제시는 하지 않았지만 Cu박막을 피복한 경우와 유사한 결과를 나타내었다.

Photo 3은 알루미늄과 SiC 섬유간의 접촉상태를 관찰하기 위해 670°C에서 10분간 열처리한 시편의 횡단면을 나타낸 사진이다. 피복하지 않았을 때의 Photo 3(a)에서 알 수 있는 바와같이 섬유와 섬유 사이에 기공이 존재하고 있는데 이는 알루미늄 표면에 존재하는 산화피막이 SiC 섬유와 알루미늄간의 젖음을 억제하므로 SiC 섬유 사이에 알루미늄이 스며들지 못하기 때문에 기공이 남아있는 것으로 생각되며, 이 기공의 형성은 복합재료의 물성에 큰 영향을 미칠 것으로 생각된다. 이러한 기공은 열처리 온도와 시간의 증가에 의해 사라질 것으로 생각되나 열처리 온도와 시간이 증가하게 되면 계면에서 취약한 알루미늄 탄화물이 증가하게 될 것으로 판단된다. Ni 박막을 피복한 SiC섬유를 670°C에서 10분간 열처리한 Photo 3(b)의 경우도 SiC 섬유 사이에 기공이 존재하였는데, Ni-Al상태도에서 알 수 있는 바와 같이 알루미늄과 Ni의 공정반응으로 생성되는 공정액상의 용점이 높아 이 중간상이 계면반응을 억제하므로 알루미늄과 SiC 섬유의 계면에서 접촉각이 Photo 2(c)와 같이 모세관 내림 형태로 되고 젖음성이 좋지 않은 것으로 생각된다. Cu박막을 피복한 Photo 3(c)의 경우에는 시편 내부에서도 알루미늄이 SiC 섬유 사이로 스며들어가 기공이 존재하지 않았는데, 이는 알루미늄 표면의 산화피막이 반응 초기에 알루미늄

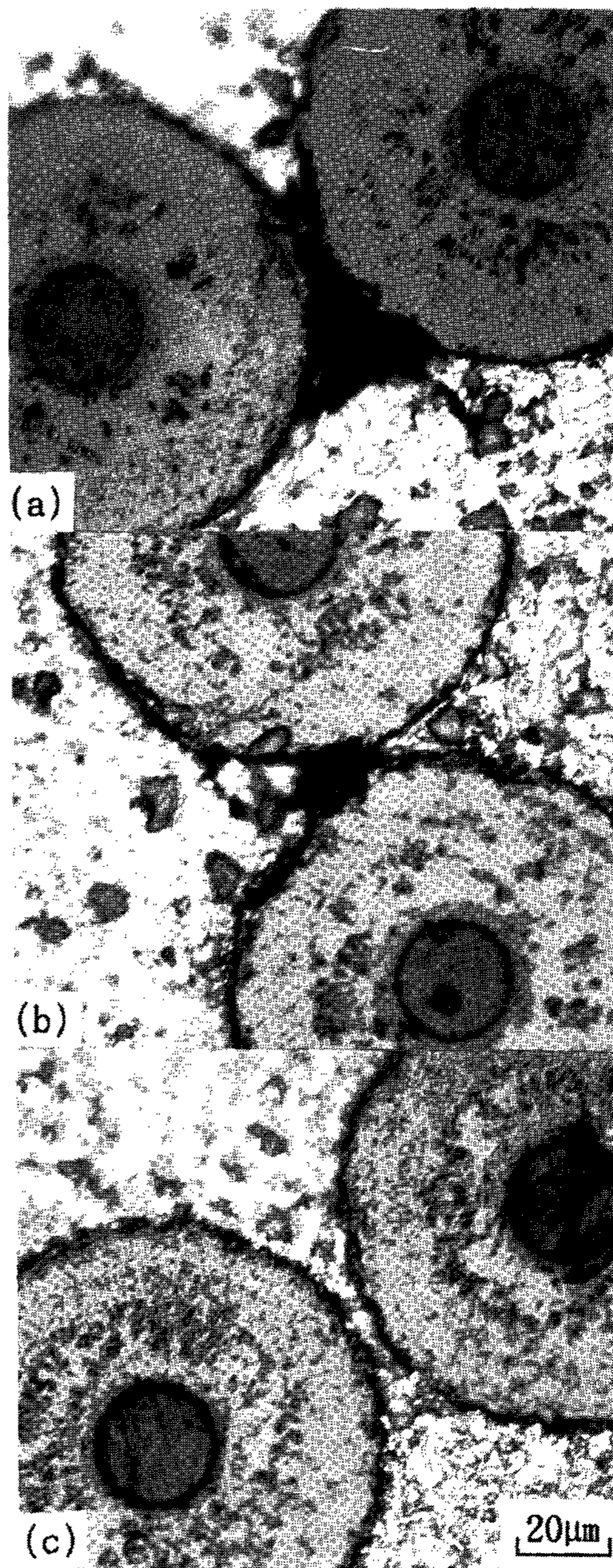


Photo 3. Cross section of heat-treated Al-SiC_f composites at 670°C for 10 min. in vacuum; (a) Al-SiC_f, (b) Al-SiC_f(0.8 μm), (c) Al-SiC_f(1.2 μm)

과의 열팽창 계수의 차이 등에 의해 발생한 응력에 의해 깨지고, Al-Cu의 공정반응으로 인해 생성된 액상이 산화피막을 빠른 시간에 SiC 섬유

와 알루미늄의 계면으로부터 배제시켜 알루미늄과의 접촉을 도와주기 때문으로 판단된다.

Fig. 3은 피복하지 않은 SiC 섬유를 각각의 온도에서 30분간 열처리 하였을 때 접촉각을 비교한 것으로서 그림 중 (a)는 Shimbo[7](Al-pressureless sintered SiC), (b)는 Köller[11](Al-β SiC), (d)는 Laurent[12]의 연구 결과를 나타내며, (c)는 피복하지 않은 SiC 섬유와 알루미늄과의 접촉각을 나타내는 본 실험 결과를, (e)는 Cu박막을 피복한 SiC 섬유와 알루미늄과의 접촉각을 나타내는 본 실험 결과를 나타낸다. 본 실험

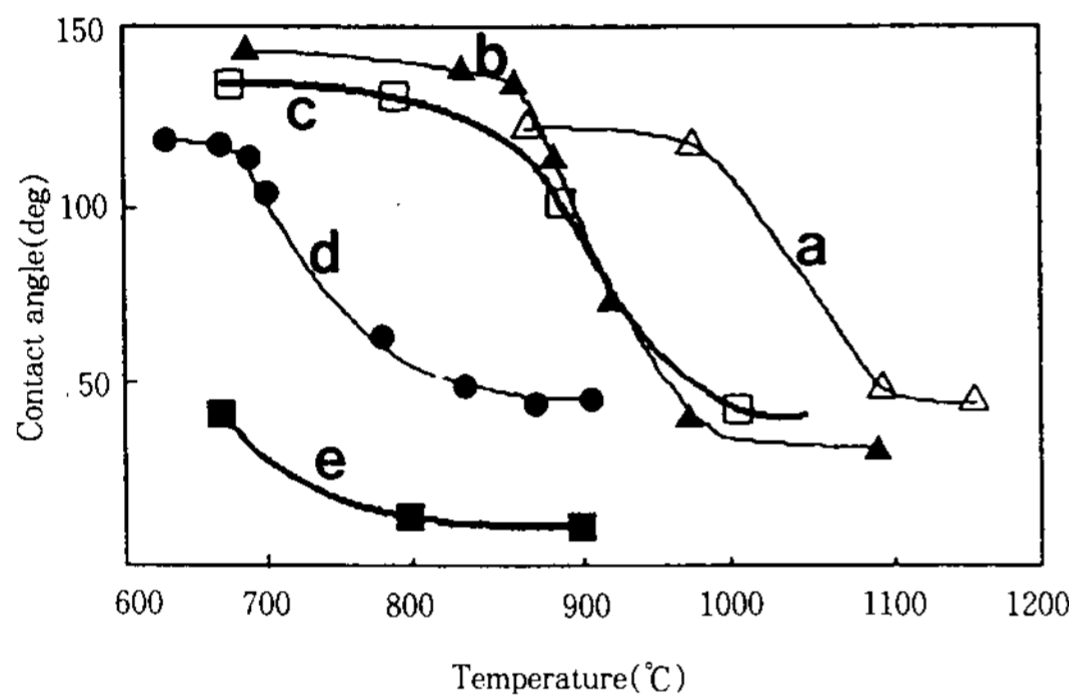


Fig. 3. Contact angle(θ), as a function of temperature after 30min. holding for Al in contact with SiC.
 (a) (Δ) Shimbo et al.[7] high purity Al, sintered SiC, 10^{-5} torr.
 (b) (\blacktriangle) Köller[11] : 99.99% Al, single-crystal SiC, 2×10^{-6} torr (zirconium-gattered).
 (c) (\square) present work : 99.99% Al, non-coated SiC, 5×10^{-7} torr.
 (d) (\bullet) Laurent et al.[12] : 99.9999% Al, single-crystal SiC, $10^{-6}/10^{-7}$ torr.
 (e) (\blacksquare) present work : 99.99% Al, Cu coated SiC, 5×10^{-7} torr.

험에서 접촉각의 측정은 주사전자현미경으로 젖음된 영역을 촬영하여 Fig. 4와 같은 기준으로 측정하였다. Fig. 3을 살펴보면 온도변화에 따라 천이구간이 나타나고 있으며, 이러한 천이구간에 이르는 잠복기는 알루미늄의 산화피막이 주요인이며 산화피막이 붕괴되어 SiC와 반응이 진행되므로 젖음이 진행되는 것으로 보고되고 있다 [11]. 본 실험 결과인 (c)와 같이 피복하지 않은 경우는 Köller의 그래프와 유사하게 900°C 근처

에서 잠복기가 나타났으나 (e)와 같이 Cu박막을 0.25 μ m 입힌 SiC 섬유를 각 온도에서 30분간 열처리했을 때의 그래프는 금속박막을 피복하지 않은 경우와는 달리 알루미늄 용융점 직상에서부터 접촉각이 50도 이하로 개선되었다. 이와같이 금속박막을 피복하면 계면에서 취약한 탄화물 형성이 억제되고 저온에서 짧은 시간안에 젖음이 이루어 짐을 알 수 있다.

상기의 결과를 분석해 보면 온도변화에 따른 젖음거동은 Ni 박막을 입혔을 경우, 반응 초기에는 피복하지 않았을 때와 같은 거동을 보였고, 온도를 상승시켰을 때 모세관 오름형태로 젖음성이 개선되었으며, Cu박막을 입혔을 경우, 반응 초기에 젖음성 개선이 현저하였다.

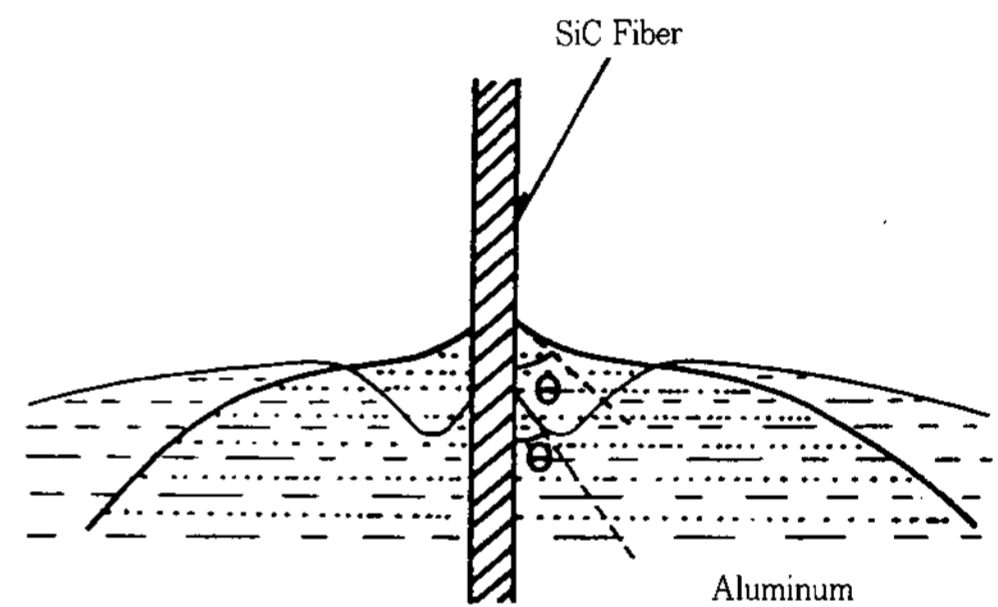


Fig. 4. Measured contact angle.

3.3 열처리 시간에 따른 젖음거동 변화

Photo 4는 유지시간 변화에 따른 젖음성을 나타낸 사진으로 SiC 섬유표면에 Cu금속박막을 피복하여 제조한 복합재료의 경우가 피복되지 않은 SiC 섬유를 사용한 경우에 비해 접촉각이 감소함을 알 수 있었다. Photo 4(a)는 피복하지 않은 SiC 섬유의 시편을 670°C에서 60분간 열처리한 때의 주사전자현미경 사진이다. 670°C에서 10분간 열처리한 경우는 전술한 Photo 2(a)와 같이 섬유 사이에 알루미늄이 충분히 스며들지 않고 Photo 3(a)와 같이 시편 횡단면의 섬유 사이는 아직 기공이 존재할 것으로 보이나 시간이 60분으로 증가되면 Photo 4(a)에 나타난 바와 같이 SiC 섬유 주위의 젖음형태는 알루미늄과 반응에 의해 모세관 오름 형태로 바뀌어 짐을 알 수 있다. Cu박막을 입혀 670°C에서 60분간 열처리한 Photo 4(b)의 경우에는 670°C에서 10분간

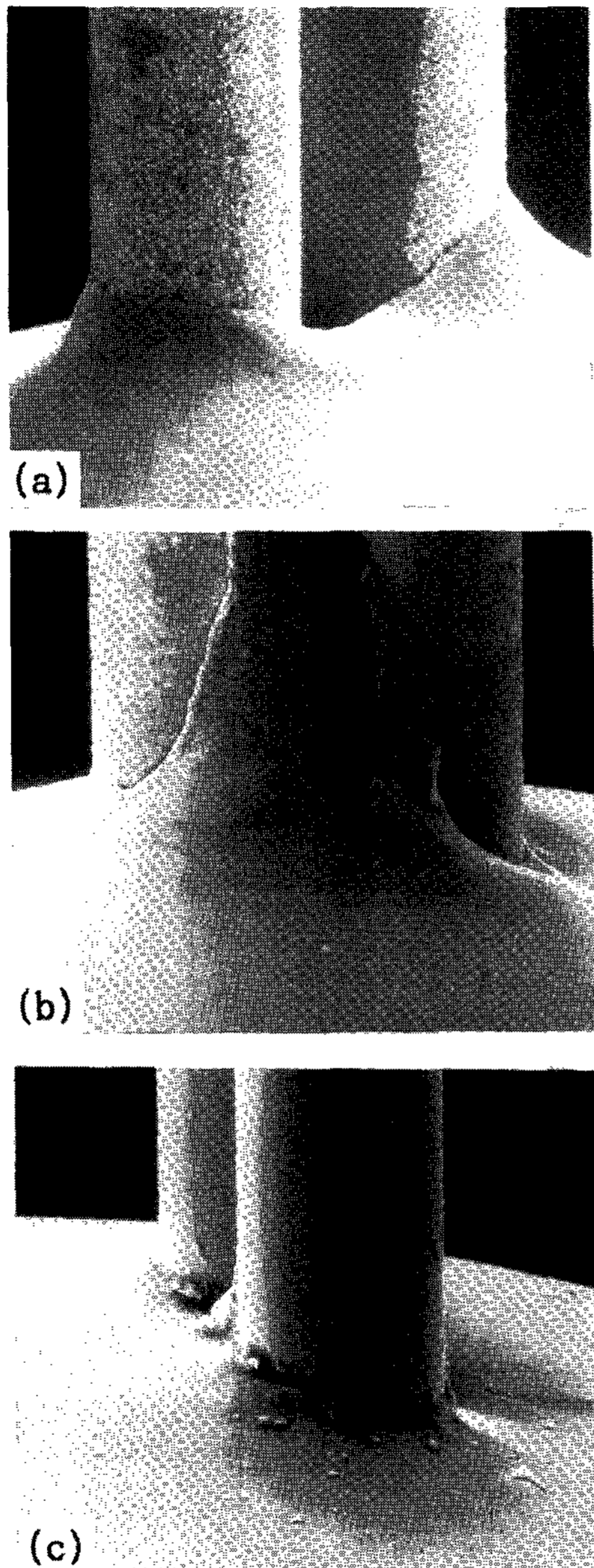


Photo 4. SEM micrographs of Al-SiC_r composites at 670°C for 60 min. in vacuum;
 (a) Al-SiC_{Cu(0.25μm)} (b) Al-SiC_{Cu(1.2μm)}
 (c) Al-SiC_{Ni(0.225μm)} (d) Al-SiC_{Ni(0.8μm)}.

열처리한 경우보다 알루미늄이 SiC 섬유 사이를 따라 젖음되는 현상이 뚜렷이 나타났다. 이와같은 경향은 Al-Cu의 이성분계 상태도에서 알 수 있는 바와같이 공정반응 온도가 548.2°C로 Ni에

비해서 비교적 낮기때문에 낮은 온도에서 알루미늄과 금속박막 사이에 공정반응이 일어나 생성된 공정액상이 산화피막을 배제시켜 젖음이 잘 되는 것으로 생각된다. Ni 박막을 피복한 SiC 섬유의 경우는 670°C에서 10분간 열처리한 Photo 2(c)와 열처리 시간이 60분인 Photo 4(c)를 비교시 열처리 시간이 60분으로 되면 SiC 섬유 주위에서 약간 모세관 오름 형태로 개선되었다. 이것은 앞절에서 설명한 것과 같이 Al-Ni의 이성분계 상태도에서 계면반응으로 생성되는 중간상의 융점이 높아 공정반응이 쉽게 진행되지 못하기 때문으로 판단된다.

이상의 결과로부터 Cu박막을 입힌 경우는 반응초기, 즉 670°C, 10분에서부터 젖음성이 개선되고 Ni 박막을 입힌 경우에는 젖음성 개선이 빠른 속도로 진행되지 못하고 완만함을 알 수 있다.

3.4 박막두께에 따른 젖음거동 변화

Photo 5의 (a)와 (b)는 Cu박막을 각각 0.25, 1.2μm를 입힌 후 670°C에서 60분간 열처리 하였을 때의 젖음성을 나타낸다. 사진으로 부터 알 수 있는 바와 같이 박막두께가 0.25μm로 얇을 때보다 1.2μm로 두꺼울때 더 균일한 젖음성을 나타내고 있으며 접촉각도 보다 감소하였다. 그리고 박막두께가 0.25μm의 경우 섬유의 상부에서 박막층 모양이 삿갓 모양인 것으로 보아 공정액상이 모세관 현상 때문에 섬유와 섬유 사이로 이동하고 알루미늄이 섬유와 섬유 사이를 따라서만 젖음된 것으로 보인다. Photo 5의 (c)와 (d)는 670°C에서 60분간 열처리한 시편의 Ni 박막두께에 따른 젖음거동을 비교하기 위한 사진이다. 박막두께가 0.225μm인 Photo 5-(c)와 0.8μm인 Photo 5-(d)의 경우를 비교하면 Photo 5-(d)의 경우가 접촉각이 적고 더 균일한 젖음거동을 나타내고 있다. 이와같은 젖음성의 차이는 기지조성인 알루미늄과 피복층과의 계면에서 반응생성물이 생성되면, 피복층이 두께에 따라 상변화속도에 차이가 있기때문에 접촉각에 차이가 있는 것으로 판단되었다.

3.5 계면 생성물

Photo 6은 Cu와 Ni 박막을 피복한 SiC섬유를

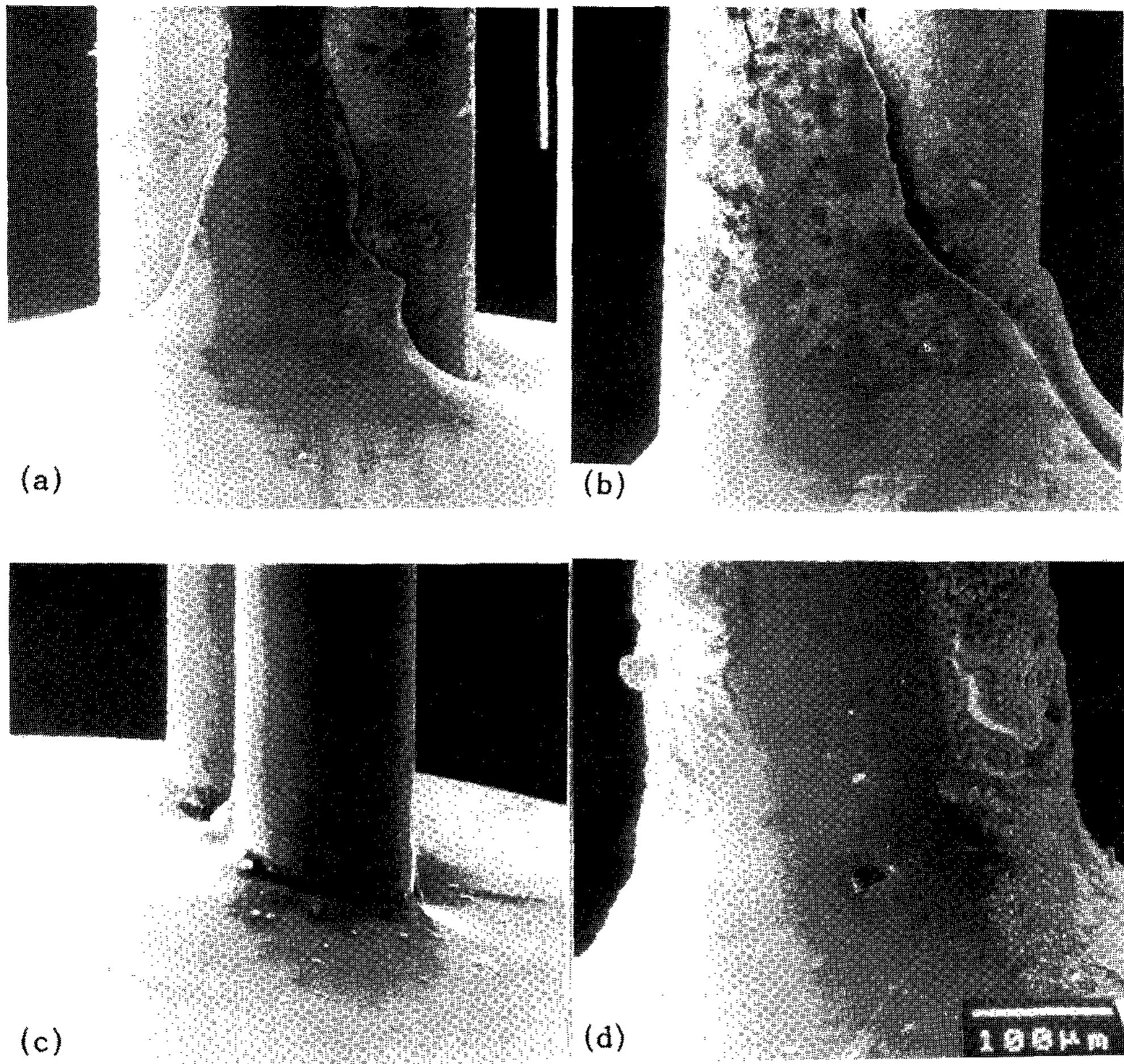


Photo 5. SEM micrographs of heat-treated Al-SiC_i composites at 670°C for 60 min. in vacuum. The specimens are shown the differences in wetting behavior with the thickness of metallic thin film;
 (a) Al-SiC_{Cu(0.25 μm)}, (b) Al-SiC_{Cu(1.2 μm)}, (c) Al-SiC_{Ni(0.225 μm)}, (d) Al-SiC_{Ni(0.8 μm)}

Fig. 2와 같이 알루미늄 도가니에 장입하여 670°C에서 10분간 진공중에서 열처리한 다음 박막층의 거동을 알아보기 위해 알루미늄과 SiC섬유의 계면 부근을 EDS 분석한 결과이다. SiC섬유에 Cu를 0.25 μm 피복한 경우에는 Photo 6-(a)와 같이 피복원소 Cu성분이 검출되지 않았는데, 이것은 S. Abraham 등이[13] 보고한 바와 같이 알루미늄과 피복원소 Cu의 공정반응이 알루미늄의 용융점 이하인 548°C에서 일어나기 때문에 Cu 피복층이 계면에서 기지내로 전부 확산되었기 때문으로 생각된다. 금속박막의 소멸은 금속피복된 SiC섬유와 알루미늄간의 반응의 진행에 의한 것이며, 이와같은 반응은 금속박막과 기지조성인

Al과 1차적으로 반응이 진행되어 궁극적으로 젖음성을 저하시키는 알루미늄 산화피막의 붕괴를 유발하기 때문에 금속박막과 액상과의 확산을 통하여 계면자유에너지가 감소함으로써 접촉각이 90도 이하를(Photo 2-(e)) 나타낸것으로 판단된다. SiC 섬유에 Ni을 0.225 μm 피복한 Photo 6-(b)의 경우는 계면에서 Ni성분이 검출되었는데, 이는 Al-Ni의 공정반응으로 생성될 수 있는 공정액상의 온도는 알루미늄의 용융점 이하인 639.9°C이나 반응으로 생성된 Ni-Al화합물의 용점이 854°C이상으로 높기 때문에 670°C에서 10분간 열처리하였을때 피복원소가 계속 알루미늄과 SiC섬유 계면에 존재할 것이며, 또한 그 피복층

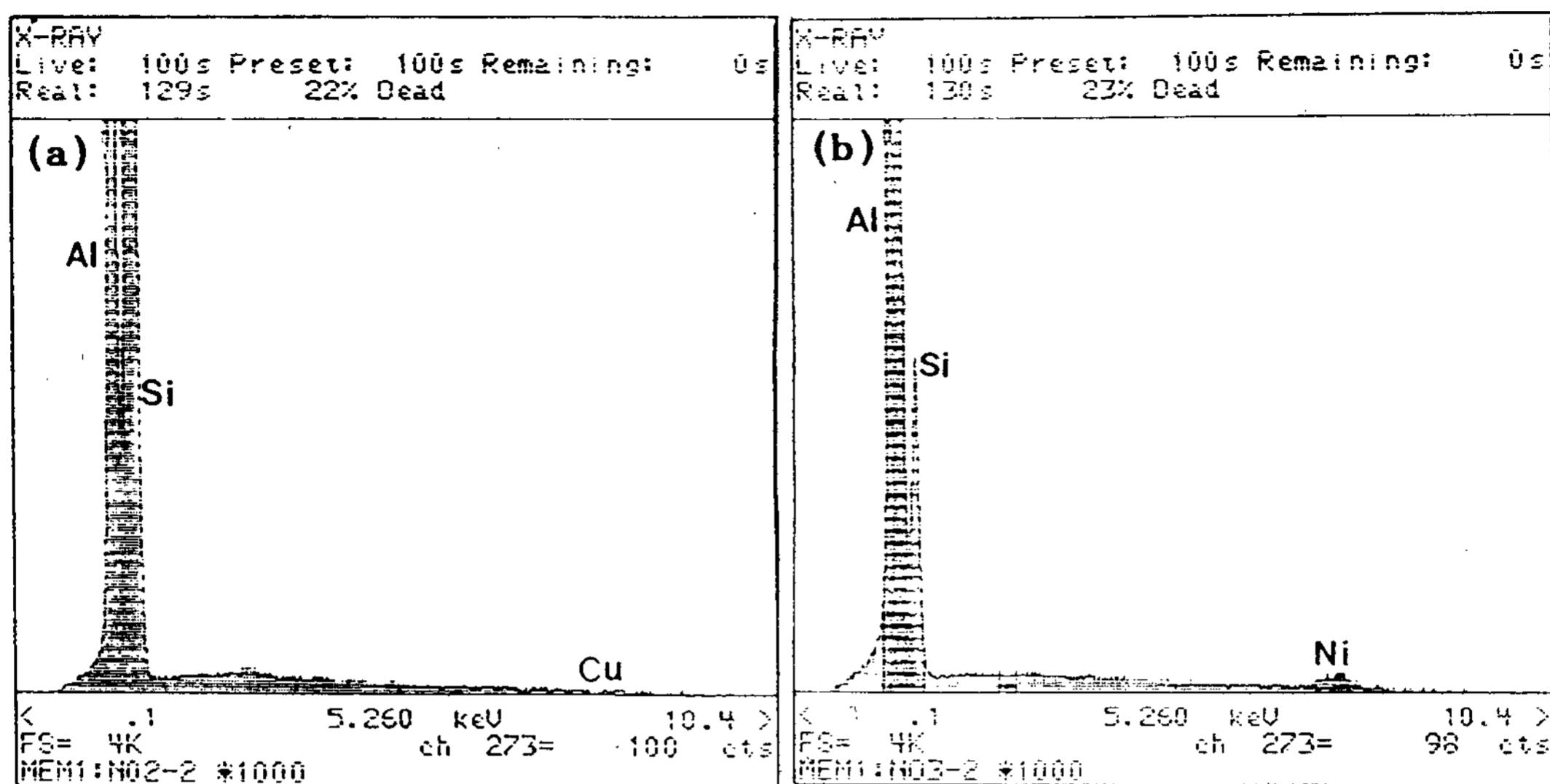


Photo 6. EDS result of interface of heat-treated Al-SiC_f at 670°C for 10 min.;
 (a) Al-SiC_{Cu}(1.2μm) (b) Al-SiC_{Ni}(0.8μm).

이 확산에 대한 장벽 역할을 하기 때문에 계면반응을 억제할 것으로 보인다. 따라서 SiC 섬유에 Ni박막을 입혔을 경우는 Ni-Al상태도 상에서 젖음성은 854°C 이상에서 개선될 것으로 판단된다. 그러나 열처리 온도가 높게 되면 SiC 섬유의 손상이 심하여 물성에 영향을 끼치리라는 것을 예상할 수 있으며 본 실험에서도 열처리 온도에 따른 접촉각을 관찰하기 위하여 900°C에서 10분간 유지한 시편의 경우(Photo 2), 열처리 온도의 증가로 접촉각은 90도 이하로 감소하였으나, 시편을 알루미늄 도가니에서 분리할때 SiC 섬유의 열화로 섬유가 부러지는 것을 관찰할 수 있었다.

4. 결 론

SiC 섬유에 금속박막을 피복하여 온도, 시간, 박막두께에 따른 젖음거동과 계면반응에 대해 검토한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 박막의 유무에 따른 젖음성의 변화는 금속박막을 입히지 않은 경우보다 SiC 섬유에 금속박막을 입힌 경우가 저온에서 짧은 시간안에 젖음성이 개선되었으며, 그 개선 정도는 Ni박막을 입힌 경우 보다는 Cu박막의 경우가 더욱 현저하였다.
- 2) 온도의 변화에 따른 젖음성의 변화는 Cu박

막을 입혔을 경우, 670°C에서도 젖음성 개선이 뚜렷하였으며, Ni박막을 입혔을 경우는 반응초기 즉 670°C, 10분에서 피복하지 않았을 때와 거의 같은 거동을 보였으나 900°C로 온도가 상승되면 젖음성이 약간 개선되었다.

3) 시간에 따른 젖음성의 변화는 Cu박막을 입혔을 경우에는 반응초기에 접촉각이 50도 이하로 크게 개선되었지만 Ni박막을 입혔을 경우에는 젖음성이 완만하게 개선되었다.

4) 박막두께에 따른 젖음성의 변화는 약 0.25 μm로 얇을때보다 약 1μm로 두꺼울때가 더 향상되었다.

후 기

본 연구는 한국과학재단 지정 재료계면공학연구센터의 연구비 지원에 의하여 수행된 연구의 일부로 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

[1] T. Choh and T. Oki, Mater. Sci. and Tech., 3 (1987) 378

- [2] S. Towata and S. Yamada, J. Jpn. Inst. Meter., 48 (1983) 155-159
- [3] J. C. Ehrstrom, W. H. Kool, J. of Mat. Sci., 23 (1988) 3195-3201.
- [4] Y. Kimura et al, J. of Mat. Sci., 19 (1984) 3107
- [5] T. W. Chou, A. Kelly and A. Okura, Composite, 16 (1985) 187
- [6] S. G. Warriar, C. A. Blue, R. Y. Lin, J. of Mat. Sci., 28 (1983) 760-768
- [7] M. Shimbo, M. Naka and I. Okamoto, J. Mater. Sci. Lett., 8 (1989) 2697
- [8] J. J. Brennan and J. A. Pask, J. Amer. Ceram. Soc., 51 (1968) 569
- [9] S. R. Nutt and F. E. Waener, J. Mater. Sic., 20 (1985) 1953
- [10] T. Iseki, T. Kameda and T. Maruyama, J. Mater. Sci., 19 (1984) 1692
- [11] W. Koller, Aluminum 51 (1975) 443
- [12] V. Laurent, D. Chatain and N. Eustathopoulos, J. Mater. Sci., 222 (1987) 224
- [13] Susan Abraham, B. C. Pai, K. G. Satyanarayana and V. K. Vaidyan, J. of Mater. Sci., 25 (1990) 2839-2845