

알루미늄 표면의 정반사율 향상에 미치는 양극산화의 영향

(Influences of anodizing on improvement in reflection rate of aluminum surface)

최광근 · 김동현* · 김훈 · 남인탁

(Kyang-Kun Choi · Dong-Hyoun kim · Hoon Kim · In-Tak Nam, Kangwon National University)

Abstract

Anodizing film was prepared by anodic oxidation of pure aluminum(purity > 99.50) using DC power supply for constant current mode in an electrolytic solution of surface of sulfuric acid. Effects of pre-treatment process such as chemical polishing, acid cleaning, alkali etching before anodic oxidation, were studied to microstructures and surface morphologies. A roughness on surface of anodizing film had to be decreased for amorphous phase by anodic oxidation. A roughness on surface of anodizing film decrease as annealing temperature increased in chemical polishing.

1. 서론

현재 야외에서 사용되고 있는 도로조명이나 투광 조명등은 실내조명에 비하여 매우 넓은 면적을 조명대상으로 하고 있고, 조명의 질이 생산성이나 안전에 미치는 영향이 매우 크므로 조명기구의 성능이 엄격하게 규정되어 있으며, 광을 조명공간에 적절히 전달하는 기능이 중요시되어지고 있다. 이를 구현하기 위해서는 램프성능의 향상과 함께 광을 적절히 유도하고 반사할 수 있는 알루미늄 반사판의 역할이 중요하다. 특히 에너지를 절약이라는 측면을 고려한다면 기존의 반사판 보다 더욱 우수한 반사율과 내식성 및 내열성이 좋은 고조도 반사판이 요구되고 있는 상황이다. 그러나 이러한 조명기구는 야외나 작업현장에서 주로 사용되기 때문에 반사판의 성능을 저하시키는 환경에 많이 노출될 수 있다.

기존의 기계적 가공방법으로는 알루미늄 판재의 표면에 미소한 가공흔적이 남아있어 빛의 반사율이 저하되고 조도가 낮아지게 된다. 따라서 기존의 공구와 공작물이 접촉하는 방식의 가공법에서 탈피하여 새로운 비접촉 연마방식을 사용함으로써 알루미늄 판재의 표면 거칠기를 줄이고 표면 평활도, 정반사율을 늘리는 표면처리방법이 필요하게 되었다. 그러나 비접촉 연마방식 중의 하나인 전해연마(electrolytic polishing)방법은 반사도를 유지하는데 한계가 있다는 단점이 있다. 전해연마는 알루미늄 표면상에 광택도를 높이는 최상의 방법이나, 경도 및 내식성 향상을 위한 양극산화 처리시

광택이 많이 감소되어 반사도를 높이는 용도에 활용되고 있지 못하다. 또한 전해연마는 국내 생산기반 구축이 어렵고 높은 전류밀도로 고농도의 전해액 속에서 고온으로 작업하므로 전해액의 관리가 어려우며 위험요소가 크다는 단점도 지니고 있다. 따라서 그 대처방안으로 위험요소가 적고 전해액 관리가 쉬운 화학연마로 대체하여 대부분 처리하고 있는 실정이다.

알루미늄을 전기화학적 방법으로 처리하여 자연산화 피막보다 더 두꺼운 양질의 산화피막을 형성시킬 수 있는 양극산화법은 알루미늄을 보다 다양한 용도의 금속재료로 개발하기 위한 기술의 하나로 이러한 양극산화 기술은 오래 전부터 공업적으로 활용하기 위한 연구가 많이 이루어져 왔다 [1-4]. 또한 알루미늄 시편에 수화처리를 실시할 경우 100[°C]에 근접함에 따라 결정형 수화피막(hydrous oxide layer, $AlOOH \cdot nH_2O$)의 형태의 피막이 형성되며, 수화처리를 하지 않고 양극산화를 실시했을 경우 비정질 구조의 산화피막이 생성되며 이 시편에 500[°C]의 열처리를 추가로 실시해도 결정질로의 상전이(phase transition)는 발생되지 않는다고 하였다[5].

따라서 본 연구에서는 현재 비접촉 연마방식 중 알루미늄 판재에 적용 가능성이 가장 좋은 것으로 평가되고 있는 양극산화(anodizing) 방법을 이용하여 수화처리를 하지 않고 알루미늄 시편을 처리한 후 미세구조 및 표면 특성을 살펴봄으로써 알루미늄 표면의 정반사율 향상에 양극산화가 미치는 영향을 알아보는데 그 목적을 두었다.

2. 본 론

2.1. 시편

본 실험에서는 1000계 알루미늄인 1050을 사용하여 시편을 처리하였다. 이 시편은 가공성, 표면처리성이 우수하며 내식성은 알루미늄 합금 중 최상으로 알려져 있다. 표 1에서는 실험에 사용된 알루미늄 1050의 조성에 대해 나타내었다.

표 1. 1050 알루미늄의 화학성분

Table 1. The chemical component of 1050 aluminum

성분	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
성분량	0.25	0.40	0.05	0.05	0.05	-	0.05	0.03	99.50
	<	<	<	<	<		<	<	>

2.2. 실험방법

본 실험에서는 시편처리의 기본적인 공정을 아래 그림 1과 같이 설계하여 실시하였다.

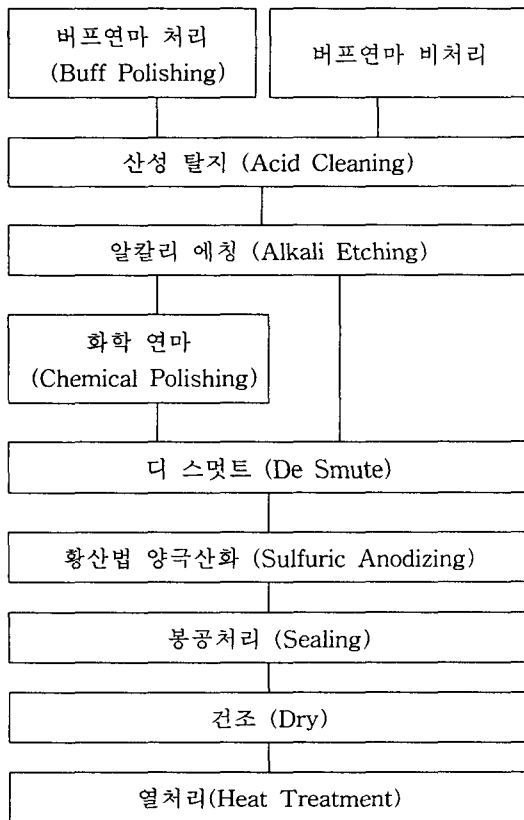


그림 1. 알루미늄 시편처리 공정의 개요도

Fig. 1. Schematic diagram of aluminum experimental Procedure

시편처리 공정별 조성 및 조건은 다음과 같다.

① 버프연마

버프연마는 에머리 버프를 설치한 고속회전(1800~2100[r.p.m])연마기에 시편을 마찰하여 경면 광택이 나도록 하였다. 이 때 유성 연마제(Cr_2O_3 가 주성분인 청봉)를 사용하여 경면 광택을 가속화시켰다.

② 산성탈지

알루미늄 시편의 산성탈지(산세정)는 표면의 오물을 제거하는 것과 산화물을 제거하기 위하여 실시한다. 알루미늄은 양쪽성 금속이기 때문에 산과 알칼리에 반응하지만, 비교적 산에 강하고 알루미늄에 약하다. 따라서 약한 산성용액에서 주로 탈지를 하고 있으며, 특히 압연용 합금일 경우 약한 황산 용액에서 탈지하는 것이 일반적이다. 산세정은 수산화나트륨에 의한 세정이 비해 알루미늄 소지가 침식되지 않아 세정 후 광택이 없어지지 않는 것이 특징이다. 때문에 소지의 평활화를 목표로 하는 제품에는 산성 탈지를 실시하고 있다.

알루미늄의 산세정은 철과는 달리 수소취성의 걱정이 없다. 이는 알루미늄의 표면 산화물은 백색의 얇고 치밀한 옥시수산화물 등의 산화물인데 이들 산화물은 알칼리에는 쉽게 용해하지만 산과는 잘 반응하지 않기 때문이다.

- 처리액 : 황산 10[%](용량비) 수용액,
- 처리조건 : 70~80[°C], 2~3분 침지

③ 알칼리 에칭

수산화나트륨 용액은 알루미늄을 잘 용해하며, 이 때 발생하는 수소 가스는 흡착하고 있는 유지류를 물리적으로 제거하면서 금백색의 표면을 만들어 준다. 알루미늄 표면에 광택처리를 할 경우 불화물이 첨가한 수용액을 사용하고 있어 이를 사용하였다.

- 처리액 : 수산화나트륨 5[%](중량비), 불화나트륨 2[%], 수용액
- 처리조건 : 60~80[°C], 10~20초 침지,

④ 화학연마

화학연마는 알루미늄이 화학적으로 양극이 되어 표면이 용해하여 평활하게 되는 것이다. 화학연마에서 가장 많이 사용하는 것은 인산-황산-질산계 용액으로 99.5[%] 이상의 알루미늄재의 처리에 적합하며, 거친 표면의 평활화에 주로 이용되고 있다.

- 처리조 : 납라이닝 스테리스 조, 1600×1200×800[mm], 납관의 공기교반 장치
- 용액 : 인산(84[%]) 41.6[g/ℓ], 황산(d=1.84) 15.5[g/ℓ], 질산(d=1.42) 6.0[g/ℓ]

연마 온도에 대한 영향을 알아보기 위해 80, 90 [°C]에서 각각 3분간 처리하였으며, 다른 시편은 100[°C]에서 2분30초, 110[°C]에서 1분30초간 침지하였다.

⑤ 디스멧트

알루미늄합금을 수산화나트륨 등의 알칼리계의 용액에 처리하면, 합금 성분 중에 포함되어 있는 구리, 규소, 철 등이 알칼리에 불용성이기 때문에 처리물 표면에 스멧트로 나타난다. 이 스멧트를 제거하기 위하여 디스멧트 처리를 하였다.

- 처리액 : 아세트산, 무수크롬산
- 처리조건 : 30[°C], 1분 침지

⑥ 양극산화

양극산화 종류에서 표면 반사도(광택)가 가장 높은 것으로 알려져 있는 황산법으로 산화피막을 형성하였다. 처리시간 즉 산화피막 두께에 따른 피막의 특성을 알아보기 위하여 시편 종류별로 각각 9분, 13분, 18분으로 처리하였다.

- 처리액 : 황산 15[%](용량비)
- 처리조건 : 상온, 정전압(13[V]), 전류밀도(1.1~1.2[A/dm²])
- 처리조 : 납라이닝 스텐리스, 1600×1200×800 [mm] 납관을 이용한 공기교반 장치

⑦ 봉공처리

봉공처리는 처리액을 21[°C]에서 약 10초간 침지하였다.

⑧ 건조

봉공처리한 시편을 수세한 후 즉시 전기로에서 열풍건조하여 얼룩이 생기는 것을 방지하였다.

⑨ 열처리

최종적으로 만들어진 시편의 열에 의한 결정구조의 변화를 확인해보기 위해 급속열처리기(RTA)를 이용하여 온도 및 시간의 변화를 주며 열처리를 실행하였다.

2.3. 시편 분석 방법

알루미늄 처리공정을 통하여 제조한 시편의 결정구조는 X-ray 회절분석기(XRD)로, 표면의 형상 및 거칠기는 박막용 주사전자현미경(FESEM)으로 관찰하였다.

2.4. 결과 및 고찰

그림 2와 3에서는 베프연마를 한 알루미늄 기판을 100[°C]에서 화학연마한 뒤 양극산화처리한 시

편의 XRD 패턴과 증착된 면의 SEM 이미지를 나타내고 있다. 처리를 하지 않은 처음 기판과 두께가 다른 양극산화피막을 비교하여 나타낸 XRD 패턴에서 보여지는 바와 같이 α, γ 의 알루미늄상이 나타나지 않고 단지 기판의 알루미늄만이 관찰되었다. 알루미늄 시편에 수화처리를 실시하지 않고 양극산화를 실시했을 경우 비정질 구조의 산화피막이 생성된다고 하였는데[5], 이와 마찬가지로 SEM 사진으로는 증착된 양극산화피막이 보이고 XRD의 결과로는 알루미늄 peak만 관찰되므로 이 두 가지 결과로 볼 때 비정질의 양극산화 피막이 생성되었음을 알 수 있었다. 비정질의 알루미늄 양극산화피막의 생성은 결정질의 피막보다 표면거칠기와 반사율이 더 좋을 것으로 기대된다.

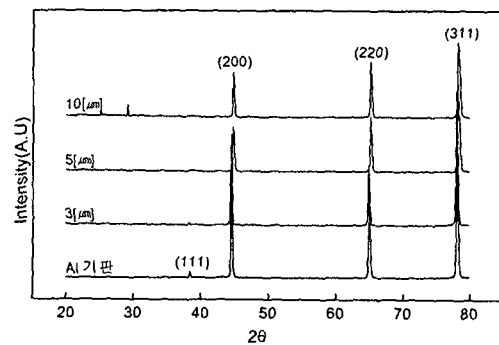


그림 2. 100[°C]에서 화학연마후 여러 두께로 양극산화된 알루미늄 시편의 XRD 패턴
Fig. 2. XRD patterns of anodized aluminum sample according to various thicknesses after chemical polishing at 100[°C]

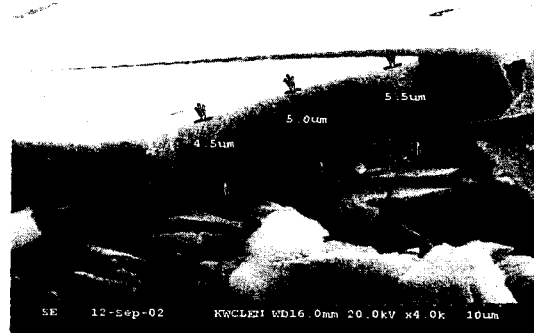


그림 3. 100[°C]에서 화학연마후 5[μm] 두께로 양극산화된 알루미늄 시편의 SEM 이미지
Fig. 3. SEM images of anodized aluminum sample according to 5[μm] thickness after chemical polishing at 100[°C]

아래 그림 4에서는 XRD를 통하여 비정질로 나타났던 양극산화 시편들의 SEM 사진을 보여주고 있다. 사진에서 알 수 있듯이 결정들간의 경계선이 뚜렷하게 구별되어지는 일반적인 결정질들의 표면과는 달리 양극산화에 의해 증착된 피막들의 표면 모양이 서로 경계선이 뚜렷하지 않게 섞여있는 형태를 나타내고 있음을 알 수 있었다. 표면에서도 양극산화 처리를 한 후 거울면이 나타나는 것을 알 수 있었는데, 이는 물리적인 마찰에 의해 스크래치가 생성되었던 그림 4(a)의 알루미늄 기판이 양극산화에 의해 그림 4(b),(c),(d)와 같은 비정질 피막이 표면에 코팅되면서 반사율의 향상에 영향을 주었기 때문으로 사료되어진다.

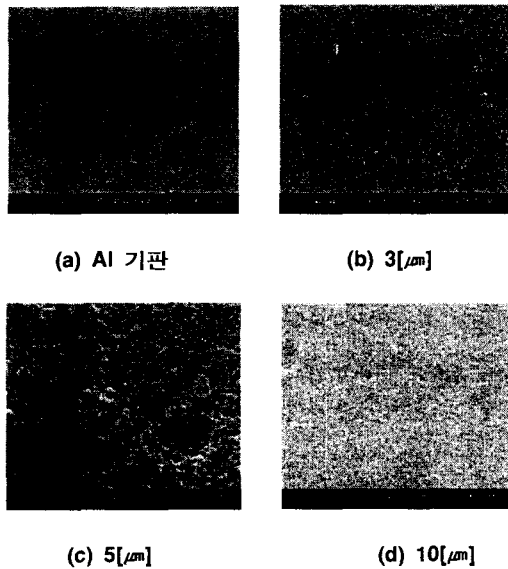


그림 4. 100[°C]에서 화학연마후 양극산화된 알루미늄 시편의 SEM 이미지
 Fig. 4. SEM images of anodized aluminum sample after chemical polishing at 100[°C]

그림 5와 6에서는 버프연마를 한 알루미늄 기판을 수화처리 하지 않고 여러 온도에서 화학연마한 뒤 3[μm]의 두께로 양극산화 처리한 시편의 XRD 패턴과 증착된 면의 SEM 이미지를 나타내고 있다. XRD pattern에서 보여지는 바와 같이 양극산화 피막의 비정질상에 화학연마의 온도변화가 거의 영향을 주지 않고 있음을 알 수 있었다. 하지만 양극산화 시편들의 SEM 사진을 보면 화학연마의 온도가 증가할수록 양극산화 피막의 비정질 모양이 작아지는 것을 알 수 있었다. 일반적인 화학연마속은 100~140[°C]에서 할 경우 좋은 특성을 나타낸다고 하였는데[6], 이와 같이 온도가 증가하므

로 양극산화한 시편의 비정질 표면이 미세하게 되고, 이러한 이유가 시편의 거울면을 더욱 선명하고 밝게 함으로써 반사율의 향상에 영향을 주었으리라 사료되어진다. 이러한 현상은 버프연마를 수행하지 않은 시편에서도 비슷하게 나온 것을 알 수 있었는데, 이러한 결과는 표면의 형태가 버프연마에 의해 거의 영향을 받지 않는다는 것을 나타내고 있어 공정상의 단축을 가져올 수 있으리라 생각되어진다.

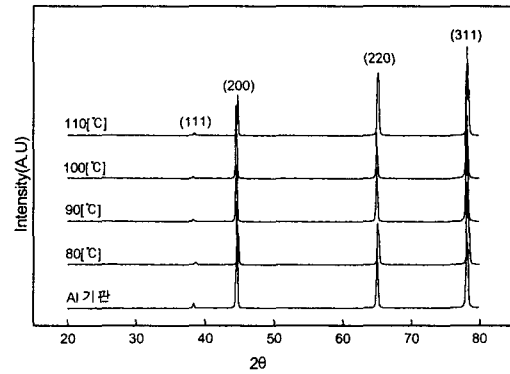


그림 5. 여러 온도에서 화학연마후 3[μm] 두께로 양극산화된 알루미늄 시편의 XRD 패턴
 Fig. 5. XRD patterns of anodized aluminum sample according to 3[μm] thickness after chemical polishing at various temperatures

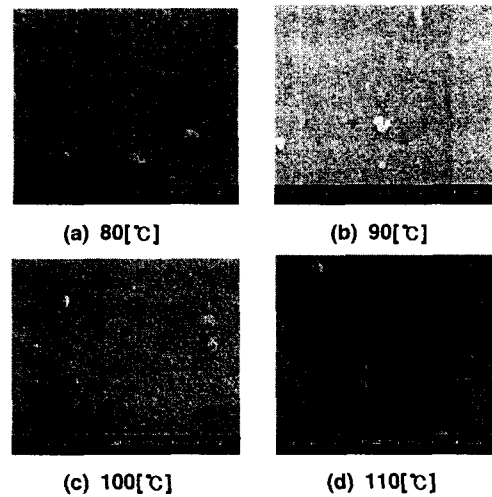


그림 6. 여러 온도에서 화학연마후 3[μm]의 두께로 양극산화된 알루미늄 시편의 SEM 이미지
 Fig. 6. SEM images of anodized aluminum sample according to 3[μm] thickness after chemical polishing at various temperature

3. 결론

참고문헌

전기화학적 방법의 하나인 양극산화법을 이용하여 알루미늄 표면처리를 수행한 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

- 1) 수화처리를 하지 않은 경우 화학연마와 양극산화 처리를 한 시편들에서 비정질의 표면이 나타났음을 XRD와 SEM으로 관찰할 수 있었다.
- 2) 수화처리를 하지 않은 경우 화학연마의 온도변화가 생겨도 비정질 상에는 거의 영향을 주지 않고 있음을 알 수 있었으며 화학연마의 온도가 증가할수록 양극산화 피막의 비정질 모양이 작아지는 것을 알 수 있었다.
- 3) 양극산화 처리를 통하여 비정질의 피막을 얻음으로써 알루미늄 표면의 반사율이 향상되었음을 알 수 있었다.

- [1] P. V. Rysselberg, H. A. Johansen, J. of electrochemical Society, 106, 355(1959).
- [2] R. W. Franklin, D. J. Stirtand, J. of electrochemical Society, 110, 262(1963).
- [3] J. Zahavi, M. Metzger, J. of electrochemical Society, 119, 1479(1972).
- [4] C. J. Dellocai, P. J. Fleming, J. of electrochemical Society, 123, 1487(1976).
- [5] 주은균, 김성수, 오한준, 조수행, 지충수, "알루미늄 양극산화 피막의 상전이에 미치는 수화처리의 영향", 한국재료학회지, Vol.12, No.7, P.540, 2002, 7.
- [6] 한성호, "알루미늄 표면처리 그 이론에서 실무까지", 한국알루미늄표면처리공업협동조합, P.105, 1993, 9.