(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2017 년 3 월 30 일 (30.03.2017)

WIPO | PCT

(10) 국제공개번호
WO 2017/051992 A1

(51) 국제특허분류:
B32B 9/00 (2006.01) *C23C 18/12* (2006.01)
B32B 15/08 (2006.01) *C23C 18/16* (2006.01)
C23C 14/34 (2006.01) *C23C 28/02* (2006.01)
C23C 4/12 (2006.01)

(21) 국제출원번호: PCT/KR2015/013637

(22) 국제출원일: 2015 년 12 월 14 일 (14.12.2015)

(25) 출원언어: 한국어

(26) 공개언어: 한국어

(30) 우선권정보:
10-2015-0132793 2015 년 9 월 21 일 (21.09.2015) KR

(71) 출원인: **한국과학기술원 (KOREA ADVANCED INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY)** [KR/KR]; 34141 대전시 유성구 대학로 291 (구성동), Daejeon (KR). **한국기계연구원 (KOREA INSTITUTE OF MACHINERY & MATERIALS)** [KR/KR]; 34103 대전시 유성구 가정북로 156 (장동), Daejeon (KR).

(72) 발명자: **류호진 (RYU, Ho Jin)**; 34141 대전시 유성구 대학로 291 (구성동, 한국과학기술원), Daejeon (KR). **홍순형 (HONG, Soon Hyung)**; 34141 대전시 유성구 대학로 291 (구성동, 한국과학기술원), Daejeon (KR). **박종복 (PARK, Jong Bok)**; 34141 대전시 유성구 대학로 291 (구성동, 한국과학기술원), Daejeon (KR). **이준호 (LEE, Jun Ho)**; 34141 대전시 유성구 대학로 291 (구성동, 한국과학기술원), Daejeon (KR). **이상관 (LEE, Sang Kwan)**; 51431 경상남도 창원시 의창구 용지로 229, 13 동 506 호 (용호동, 롯데 아파트), Gyeongsangnam-do (KR). **이상복 (LEE, Sang Bok)**; 51426 경상남도 창원시 성산구 원이대로 495, 217 동 402 호 (반림동, 트리비앙 아파트), Gyeongsangnam-do (KR). **조승찬 (CHO, Seung Chan)**; 51018 경상남도 김해시 율하 1 로 130, 905 동 401 호 (율하동, 율현마을 이편한세상), Gyeongsangnam-do (KR). **조일국 (JO, Il Guk)**; 46231 부산시 금정구 두실로 45 번길 102, 2 동 1104 호 (구서동, 일신 아파트), Busan (KR).

(74) 대리인: **특허법인 무한 (MUHANN PATENT & LAW FIRM)**; 06044 서울시 강남구 학동로 3 길 9, 5 층 (논현동, 명림빌딩), Seoul (KR).

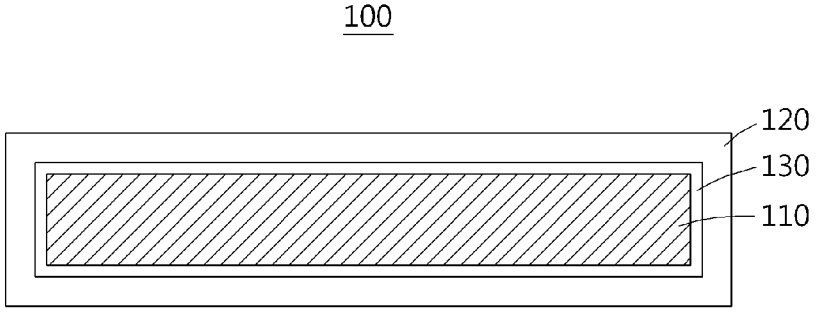
(81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR),

[다음 쪽 계속]

(54) **Title**: HYBRID COMPOSITE COMPRISING SILICON CARBIDE TILE AND ALUMINUM, AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

(54) **발명의 명칭** : 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재 및 이의 제조방법



(57) **Abstract**: The present invention relates to a hybrid composite comprising a silicon carbide tile and aluminum, and a manufacturing method therefor. More specifically, the present invention relates to a hybrid composite comprising a silicon carbide tile and aluminum, which comprises: a silicon carbide tile; an aluminum-containing layer formed on at least a part of the outer surface of the silicon carbide tile; and a bonding layer between the silicon carbide tile and the aluminum-containing layer. The present invention can provide a hybrid composite comprising a silicon carbide tile and aluminum, which has improved interfacial properties through a surface modification of the silicon carbide tile.

(57) **요약서**: 본 발명은, 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 보다 구체적으로, 탄화규소 타일; 및 상기 탄화규소 타일의 외부면의 적어도 일부분에 형성된 알루미늄 함유층; 을 포함하고, 상기 탄화규소 타일 및 알루미늄 함유층 사이에 접합층을 포함하는, 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재에 관한 것이다. 본 발명은, 탄화규소 타일의 표면 개질을 통하여 계면특성이 향상된 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재를 제공할 수 있다.

WO 2017/051992 A1

OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

공개:

— 국제조사보고서와 함께 (조약 제 21 조(3))

명세서

발명의 명칭: 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재 및 이의 제조방법

기술분야

[1] 본 발명은, 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경기술

[2] 세라믹/금속 복합소재는 세라믹과 금속 각각의 장점을 결합시켜 많은 분야에 신소재로써 활용되고 있고, 그 중에서도 SiC_p로 강화된 알루미늄 기지 복합소재는 매우 우수한 기계적 특성과 열적 특성을 지니고 있어 자동차, 우주항공, 그리고 전자기기 같은 다양한 분야에서 활용되고 있다.

[3] 미국이나 영국 등 국방선진국에서는 SiC/Al 복합재의 높은 강도와 경도, 그리고 우수한 내충격성 등 기계적 특성이 뛰어난 점을 이용하여 방탄소재로 사용하고 있다.

[4] 이러한 SiC와 같은 탄화물과 알루미늄의 복합재 제조 시 계면에 취성이 큰 Al_4C_3와 같은 생성물을 형성할 수 있고, 이는 복합재 내부에 균열을 발생시켜 기계적 특성을 저하시키는 원인이 된다. 공기 중에서 산화 피막을 형성하는 알루미늄은 복합재 제조 과정에서 표면 처리가 되지 않은 SiC와 젖음성이 낮아 강한 결합을 하지 못하거나 또는 복합재의 기계적 특성을 저하 시키는 문제점을 야기하고 있다.

[5] 이러한 문제점을 극복하기 위해서, 복합재 제조 시 Al_4C_3의 생성을 억제해야 하며 이를 위해서 복합재료의 계면반응 제어 기술에 대한 다양한 연구가 진행되어 왔다. 계면반응을 제어하기 위한 대표적인 방법으로는 알루미늄 합금에 Mg, Si 등 금속을 첨가하는 방법 등이 제시되었으나, 이러한 방법은 SiC입자를 강화재로 사용하는 알루미늄 기지 복합소재에 국한되어 있다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

[6] 전술한 바와 같은 문제점을 해결하기 위한 것으로, 본 발명은 탄화규소 타일(SiC 타일)과 알루미늄(Al) 간의 계면 젖음성과 계면 결합력이 개선되어 향상된 기계적 특성을 나타내는 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재를 제공하는 것이다.

[7] 또한, 본 발명은 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재의 제조 시 탄화규소 타일의 표면 개질을 통하여 탄화규소 타일과 알루미늄 간의 계면 젖음성 저하를 방지하고 Al_4C_3의 형성을 억제할 수 있는, 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재의 제조방법을 제공하는 것이다.

[8] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 이상에서 언급한 과제로 제한되지 않으며,

언급되지 않은 또 다른 과제들은 아래의 기재로부터 통상의 기술자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제 해결 수단

[9] 본 발명의 하나의 양상은, 탄화규소 타일; 및 상기 탄화규소 타일의 외부면의 적어도 일부분에 형성된 알루미늄 함유층; 을 포함하고, 상기 탄화규소 타일 및 알루미늄 함유층 사이에 접합층을 포함하는, 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재에 관한 것이다.

[10] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 접합층은, 상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분을 산화처리하여 형성된 산화물층; 상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분을 금속 무전해 도금하여 형성된 금속 도금층; 상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분에 금속분말을 용사 코팅하여 형성된 금속분말 코팅층; 또는 상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분에 형성된 금속분말 코팅층을 질화 처리하여 형성된 질화물층; 을 포함할 수 있다.

[11] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 산화물층은 SiO_2을 포함하고, 상기 금속 도금층은 니켈, 구리 또는 이 둘을 포함하며, 상기 금속분말 코팅층은 규소 분말을 포함하고, 상기 질화물층은 Si_3N_4를 포함할 수 있다.

[12] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 접합층은 Al_4C_3-프리일 수 있다.

[13] 본 발명의 다른 양상에 따라, 탄화규소 타일을 준비하는 단계; 상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분을 표면 개질하는 단계; 및 상기 탄화규소 타일의 표면 개질된 부분에 알루미늄 함유층을 형성하는 단계; 를 포함하는 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재의 제조방법에 관한 것이다.

[14] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 표면 개질하는 단계는, 상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분을 산화시켜 SiO_2를 포함하는 산화물층을 형성할 수 있다.

[15] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 표면 개질하는 단계는, 상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분을 금속 무전해 도금하여 금속 도금층을 형성할 수 있고, 상기 상기 금속은, 니켈, 구리 또는 이 둘을 포함할 수 있다.

[16] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 표면 개질하는 단계는, 상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분에 규소분말을 용사 코팅하여 규소분말을 포함하는 금속분말 코팅층을 형성하고, 상기 용사 코팅은 고속화염 용사 또는 플라즈마 용사에 의하여 수행할 수 있다.

[17] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분에 규소분말을 용사 코팅하여 규소분말 코팅층을 형성한 이후 상기 규소분말 코팅층을 질화 처리하여 Si_3N_4층을 포함하는 질화물층을 형성할 수 있다.

발명의 효과

[18] 본 발명은, 고경도와 고강도의 기계적 특성을 지닌 탄화규소 타일과 비강도가 크고 가벼운 알루미늄을 이용한 복합재의 제조 시 탄화규소 타일과 알루미늄의 계면을 제어하여 젖음성 저하를 해결하고, 계면의 결합강도를 향상시켜

내충격성 및 내마모성 등과 같은 기계적 특성이 향상된 탄화규소 타일/알루미늄의 하이브리드 복합재를 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[19] 도 1은, 본 발명의 일 실시예에 따른 탄화규소 타일/알루미늄의 하이브리드 복합재의 단면을 예시적으로 나타낸 것이다.

[20] 도 2는, 본 발명의 다른 실시예에 따른 탄화규소 타일/알루미늄의 하이브리드 복합재의 단면을 예시적으로 나타낸 것이다.

[21] 도 3은, 본 발명의 일 실시예에 따른 탄화규소 타일/알루미늄의 하이브리드 복합재의 제조방법의 흐름도를 예시적으로 나타낸 것이다.

[22] 도 4는, 본 발명의 다른 실시예에 따른 탄화규소 타일/알루미늄의 하이브리드 복합재의 제조방법의 흐름도를 예시적으로 나타낸 것이다.

[23] 도 5는, 본 발명의 또 다른 실시예에 따른 탄화규소 타일/알루미늄의 하이브리드 복합재의 제조방법의 흐름도를 예시적으로 나타낸 것이다.

[24] 도 6은, 본 발명의 또 다른 실시예에 따른 탄화규소 타일/알루미늄의 하이브리드 복합재의 제조방법의 흐름도를 예시적으로 나타낸 것이다.

[25] 도 7은, 본 발명의 또 다른 실시예에 따른 탄화규소 타일/알루미늄의 하이브리드 복합재의 제조방법의 흐름도를 예시적으로 나타낸 것이다.

[26] 도 8은, 본 발명의 실시예 및 비교예에 의해 제조된 탄화규소 타일/알루미늄의 하이브리드 복합재의 온도에 따라 측정된 젖음각을 나타낸 것이다.

[27] 도 9는, 본 발명의 실시예 및 비교예에 의해 제조된 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재의 계면 결합력을 나타낸 것이다.

발명의 실시를 위한 최선의 형태

[28] 이하 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시예들을 상세히 설명한다. 본 발명을 설명함에 있어서, 관련된 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명을 생략할 것이다. 또한, 본 명세서에서 사용되는 용어(terminology)들은 본 발명의 바람직한 실시예를 적절히 표현하기 위해 사용된 용어들로서, 이는 사용자, 운용자의 의도 또는 본 발명이 속하는 분야의 관례 등에 따라 달라질 수 있다. 따라서, 본 용어들에 대한 정의는 본 명세서 전반에 걸친 내용을 토대로 내려져야 할 것이다. 각 도면에 제시된 동일한 참조 부호는 동일한 부재를 나타낸다.

[29] 본 발명은, 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재에 관한 것으로, 상기 복합재는, 탄화규소 타일과 알루미늄 간의 계면 특성이 향상되어 우수한 기계적 물성을 나타낼 수 있다.

[30] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 복합재는, 탄화규소 타일 및 상기 탄화규소 타일의 외부면의 적어도 일부분에 형성된 알루미늄 함유층을 포함할 수 있고, 상기 탄화규소 타일과 알루미늄 함유층 사이에 접합층을 포함할 수 있다.

[31] 본 발명의 일 예로, 상기 외부면은, 상기 탄화규소 타일의 일면, 양면, 또는 전면의 외부면일 수 있고, 상기 적어도 일부분은, 일부분 또는 전체일 수 있다.

[32] 본 발명의 일 예로, 상기 접합층은, 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분에 형성된 표면 개질층을 포함할 수 있다. 상기 표면 개질층은, 탄화규소와 알루미늄의 직접적인 접촉을 방지하고, 탄화규소 타일과 알루미늄 간의 계면 특성을 제어하여 안정적인 계면 구조를 제공하고, 알루미늄의 결합력을 향상시킬 수 있다.

[33] 본 발명의 일 예로 상기 표면 개질층은, 상기 탄화규소 타일의 일면, 양면 또는 전면의 외부 표면의 적어도 일부분에 형성될 수 있다.

[34] 본 발명의 일 예로, 상기 표면 개질층은, 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분을 산화 처리하여 형성된 산화물층; 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분을 금속 무전해 도금하여 형성된 금속 도금층; 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분에 금속분말을 용사 코팅하여 형성된 금속분말 코팅층; 또는 규소 타일의 표면의 적어도 일부분에 형성된 금속분말 코팅층을 질화 처리하여 형성된 질화물층; 을 포함할 수 있다. 상기 산화물은, SiO_2를 포함하고, 상기 금속 도금층은, 니켈(Ni), 구리(Cu) 또는 이 둘을 포함하고, 상기 금속분말 코팅층은, 규소 분말을 포함하며, 상기 질화물층은, Si_3N_4를 포함할 수 있다.

[35] 본 발명의 일 예로, 상기 표면 개질층은, 상기 표면 개질층과 알루미늄 함유층 간의 계면 접합 부분을 포함할 수 있다. 상기 계면 접합 부분은 표면 개질층과 알루미늄 간의 계면 반응 생성물을 포함할 수 있다. 상기 계면 반응 생성물은, 표면 개질층의 성분, 알루미늄 함유층의 형성 시 가해지는 열, 압력, 알루미늄 함유층의 형성 방법에 따라 종류, 농도, 두께 등이 변화될 수 있다. 바람직하게는 계면 반응 생성물은, Al_4Cl_3 - 프리일 수 있다. 예를 들어, 금속 도금층의 적어도 일부분과 알루미늄 간의 계면 반응 생성물일 수 있다.

[36] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 복합재는, 탄화규소 타일의 전면에 형성된 알루미늄 함유층 및 접합층을 포함할 수 있다. 도 1을 참조하여 설명하며, 도 1은, 본 발명의 일 실시예에 따른 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재(100)에 관한 것으로, 도 1에서 상기 복합재(100)는, 탄화규소 타일(110) 및 상기 탄화규소 타일(110)의 전면에 알루미늄 함유층(120)을 포함하고, 탄화규소 타일(110) 및 알루미늄 함유층(120) 사이에 접합층(130)을 포함할 수 있다. 탄화규소 타일(110), 알루미늄 함유층(120) 및 접합층(130)은, 상기 언급한 바와 같다.

[37] 본 발명의 다른 실시예에 따라, 상기 복합재는, 탄화규소 타일의 양면에 형성된 알루미늄 함유층 및 접합층을 포함할 수 있다. 도 2를 참조하여 설명하며, 도 2는, 본 발명의 다른 실시예에 따른 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재(200)에 관한 것으로, 도 2에서 상기 복합재(200)는, 탄화규소 타일(210) 및 상기 탄화규소 타일(210)의 양면에 형성된 알루미늄 함유층(220)을 포함하고, 탄화규소 타일(210) 및 알루미늄 함유층(220) 사이에 접합층(230)을 포함할 수 있다. 탄화규소 타일(210), 알루미늄 함유층(220) 및 접합층(230)은, 상기 언급한

바와 같다.

[38] 본 발명은, 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재의 제조방법에 관한 것으로, 상기 제조방법은, 상기 탄화규소 타일의 표면 개질을 통하여 상기 타일과 알루미늄 간의 계면 특성을 조절하여 복합재의 제조 시 알루미늄과 탄화규소 타일의 계면 반응 생성물인 Al_4C_3의 형성을 억제하고, 복합재의 젖음성을 향상시킬 수 있다. 상기 제조방법은, 도 3을 참조하여 설명하며, 도 3은, 본 발명의 일 실시예에 따른 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재의 제조방법에 관한 것으로, 도 3에서 상기 제조방법은, 탄화규소 타일을 준비하는 단계(S1); 표면 개질하는 단계(S2); 및 알루미늄 함유층을 형성하는 단계(S3)을 포함할 수 있다.

[39] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 제조방법은, 도 4를 참조하여 설명하며, 도 4에서 상기 제조방법은, 탄화규소 타일을 준비하는 단계(S1a); 산화 처리에 의해 표면 개질하는 단계(S2a); 및 알루미늄 함유층을 형성하는 단계(S3a)를 포함할 수 있다.

[40] 탄화규소 타일을 준비하는 단계(S1a)는, 원하는 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재의 크기, 형태 등에 따라 탄화규소 타일을 가공하여 준비하는 단계이다.

[41] 산화 처리에 의해 표면 개질하는 단계(S2a)는, 단계(S1a)에서 준비된 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분을 산화시켜 산화물층을 형성하는 단계이다. 본 발명의 일 예로, 단계(S2a)는, 공기 분위기에서 1100 ℃ 이상; 1100 ℃ 내지 1400 ℃; 또는 1200 ℃ 내지 1400 ℃ 온도에서 2 내지 5시간 동안 탄화규소 타일을 열처리하여 산화물층을 형성할 수 있다. 본 발명의 일 예로, 상기 산화물층은, 비정질의 SiO_2를 포함하고, 열처리 온도 및 시간에 따라 두께를 조절할 수 있으며, 바람직하게는 200 nm 내지 800 nm, 더 바람직하게는 250 nm 내지 700 nm의 두께를 가지며, 상기 두께 범위 내에 포함되면 알루미늄 함유층과 반응시 Al_4C_3를 억제할 수 있어 바람직하다.

[42] 알루미늄 함유층을 형성하는 단계(S3a)는, 단계(S2a) 이후에 탄화규소 타일의 표면 개질된 부분에 알루미늄 함유층을 형성시켜 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재를 형성하는 단계이다. 본 발명의 일 예로, 상기 알루미늄 함유층은, 알루미늄; 또는 알루미늄 기지에 탄화규소, 탄화붕소, 또는 이 둘이 포함된 것일 수 있다.

[43] 본 발명의 일 예로, 단계(S2a)에서 형성된 산화물층은, 알루미늄 함유층의 형성 시 탄화규소 타일과 알루미늄 간의 직접적인 접촉을 막아 Al_4C_3의 형성을 억제하고 탄화규소 타일과 알루미늄의 안정적인 계면 구조를 제공할 수 있다. 본 발명의 일 예로, 알루미늄 함유층을 형성하는 단계(S3a)는, 액상가압공정, 소결, 스퍼터링 등으로 수행될 수 있다.

[44] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 제조방법은, 도 5를 참조하여 설명하며, 도 5에서 상기 제조방법은, 탄화규소 타일을 준비하는 단계(S1b); 도금에 의해 표면

개질하는 단계(S2b); 및 알루미늄 함유층을 형성하는 단계(S3b)를 포함할 수 있다.

[45] 탄화규소 타일을 준비하는 단계(S1b)는, 단계(S1a)와 동일하다.

[46] 표면 개질하는 단계(S2b)는, 단계(S1b)에서 준비된 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분을 금속 무전해 도금하여 금속 도금층을 형성하는 단계이다.

[47] 본 발명의 일 예로, 상기 금속 도금층은, 니켈, 구리 또는 이 둘을 포함하고, 0.5 ㎛ 내지 1.5 ㎛ 두께를 가지며, 상기 두께 범위 내에 포함되면 알루미늄 함유층과 탄화규소 타일층의 젖음성을 향상시킬 수 있으며 탄화규소 타일층의 경도를 증가시킬 수 있어 바람직하다.

[48] 알루미늄 함유층을 형성하는 단계(S3b)는, 단계(S2b) 이후에 탄화규소 타일의 표면 개질된 부분에 알루미늄 함유층을 형성시켜 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재를 형성하는 단계이다. 단계(S3b)에서 알루미늄 함유층의 형성은, 단계(S3a)와 동일한 방법 및 성분으로 수행될 수 있다. 본 발명의 일 예로, 단계(S2b)에서 형성된 금속 도금층은, 알루미늄 함유층의 형성 시 탄화규소 타일과 알루미늄 간의 직접적인 접촉을 막아 Al_4C_3의 형성을 억제하고, 알루미늄과 도금된 금속 간의 계면 반응 생성물, 예를 들어, Ni_xAl_y을 형성하여 계면 결합력을 향상시켜 탄화규소 타일과 알루미늄의 안정적인 계면 구조를 제공할 수 있다.

[49] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 제조방법은, 도 6을 참조하여 설명하며, 도 6에서 상기 제조방법은, 탄화규소 타일을 준비하는 단계(S1c); 금속분말 코팅에 의해 표면 개질하는 단계(S2c); 및 알루미늄 함유층을 형성하는 단계(S3c)를 포함할 수 있다.

[50] 탄화규소 타일을 준비하는 단계(S1c)는, 단계(S1a)와 동일하다.

[51] 금속분말 코팅에 의해 표면 개질하는 단계(S2c)는, 상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분에 금속분말을 용사코팅하여 금속분말 코팅층을 형성하는 단계이다.

[52] 본 발명의 일 예로, 상기 금속 분말은, 규소 분말이고, 상기 금속분말 코팅층은, 100 ㎛ 내지 250 ㎛ 두께를 가지며, 상기 두께 범위 내에 포함되면 알루미늄 함유층과 탄화규소 타일층의 젖음성을 향상시킬 수 있어 바람직하다.

[53] 본 발명의 일 예로, 상기 용사 코팅은, 고속화염 용사 또는 플라즈마 용사에 의하여 수행될 수 있고, 바람직하게는 플라즈마 용사일 수 있다. 예를 들어, 상기 플라즈마 용사는, 아르곤, 질소, 수소, 헬륨 등과 같은 가스를 포함하는 플라즈마 가스와 열원을 이용하여 상기 금속 분말을 용사 코팅시킬 수 있다.

[54] 알루미늄 함유층을 형성하는 단계(S3c)는, 단계(S2c) 이후에 탄화규소 타일의 표면 개질된 부분에 알루미늄 함유층을 형성시켜 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재를 형성하는 단계이다. 단계(S3c)에서 알루미늄 함유층의 형성은, 단계(S3a)와 동일한 방법 및 성분으로 수행될 수 있다. 본 발명의 일 예로, 단계(S3c)는, 단계(S2c)에서 형성된 금속분말 코팅층, 예를 들어, 규소분말

코팅층에 의해 알루미늄과의 젖음성이 높아지고, 탄화규소 타일과 알루미늄의 안정적인 계면 구조를 제공할 수 있다.

[55] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 제조방법은, 도 7을 참조하여 설명하며, 도 7에서 상기 제조방법은, 탄화규소 타일을 준비하는 단계(S1d); 질화 처리에 의해 표면 개질하는 단계(S2d); 및 알루미늄 함유층을 형성하는 단계(S3d)를 포함할 수 있다.

[56] 탄화규소 타일을 준비하는 단계(S1d)는, 단계(S1a)와 동일하다.

[57] 질화에 의해 표면 개질하는 단계(S2d)는, 단계(S1d)에서 준비된 탄화규소 타일의 외부면의 적어도 일부분에 금속분말을 용사코팅하여 금속분말 코팅층을 형성하고, 상기 금속분말 코팅층을 질화 처리하여 질화물층을 형성하는 단계이다.

[58] 본 발명의 일 예로, 상기 질화처리는, 질소 분위기에서 1400 ℃ 이상, 바람직하게는 1400 내지 1500 ℃ 온도에서 1 내지 4시간, 바람직하게는 2 내지 3 시간 동안 수행될 수 있고, 상기 질화물층은 열처리 온도 및 시간에 따라 두께를 조절할 수 있으며, 바람직하게는 30 ㎛ 내지 50 ㎛ 두께를 가지며, 상기 두께 범위 내에 포함되면 알루미늄 함유층과 탄화규소 타일층의 접합층에서 Al_4C_3의 생성을 지연시키는 효과를 가져올 수 있어 바람직하다. 본 발명의 일 예로, 상기 금속분말은, 규소분말이고, 상기 질화물층은, Si_3N_4 포함할 수 있다.

[59] 알루미늄 함유층을 형성하는 단계(S3d)는, 단계(S2d) 이후에 탄화규소 타일의 표면 개질된 부분에 알루미늄 함유층을 형성시켜 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재를 형성하는 단계이다. 단계(S3d)에서 알루미늄 함유층의 형성은, 단계(S3a)와 동일한 방법 및 성분으로 수행될 수 있다.

[60] 본 발명의 일 예로, 단계(S3d)는, 단계(S2d)에서 형성된 질화물층, 예를 들어, Si_3N_4에 의해 알루미늄과의 젖음성이 높아지고, 탄화규소 타일과 알루미늄의 안정적인 계면 구조를 제공할 수 있다.

[61] 본 발명의 바람직한 실시예를 참조하여 설명하지만, 본 발명은 이에 한정되는 것이 아니고, 하기의 특허 청구의 범위, 발명의 상세한 설명 및 첨부된 도면에 기재된 본 발명의 사상 및 영역으로부터 벗어나지 않는 범위 내에서 본 발명을 다양하게 수정 및 변경시킬 수 있다.

[62] 실시예 1

[63] 10*10*5㎣ 크기 탄화규소 타일을 대기 분위기의 1200 ℃온도에서 3시간 동안 산화 처리하여 탄화 규소 타일의 전면에 250nm 두께의 산화물층을 형성하였다. 상기 산화물층 상에 액상가압공정 방법으로 알루미늄층이 형성된 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재를 제조하였다.

[64] 실시예 2

[65] 10*10*5㎣ 크기 탄화규소 타일을 대기 분위기의 1300 ℃온도에서 3시간 동안 산화 처리하여 탄화 규소 타일의 전면에 500nm 두께의 산화물층을 형성하였다. 상기 산화물층 상에 액상가압공정 방법으로 알루미늄층이 형성된 탄화규소

타일/알루미늄 하이브리드 복합재를 제조하였다.

[66] 실시예 3

[67] 10*10*5㎣ 크기 탄화규소 타일을 대기 분위기의 1400 ℃온도에서 3시간 동안 산화 처리하여 탄화 규소 타일의 전면에 700nm 두께의 산화물층을 형성하였다. 상기 산화물층 상에 액상가압공정 방법으로 알루미늄층이 형성된 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재를 제조하였다.

[68] 실시예 4

[69] 10*10*5㎣ 크기 탄화규소 타일에 38㎛크기의 규소 분말을 90초 동안 3회 반복 용사 코팅하여 탄화 규소 타일의 전면에 200㎛ 두께의 규소분말 코팅층을 형성하였다. 규소분말 코팅층 상에 액상가압공정 방법으로 알루미늄층이 형성된 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재를 제조하였다.

[70] 실시예 5

[71] 10*10*5㎣ 크기 탄화규소 타일에 38㎛의 규소 분말을 90초 동안 3회 반복 용사 코팅한 이후, 질소 분위기에서 1400℃ 온도 및 3시간 동안 질화 처리하여 탄화 규소 타일의 전면에 40㎛두께의 Si_3N_4층을 형성하였다. Si_3N_4층 상에 액상가압공정 방법으로 알루미늄층이 형성된 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재를 제조하였다.

[72] 실시예 6

[73] 10*10*5㎣ 크기 탄화규소 타일을 무전해 도금액의 90~100℃ 온도에서 15분 동안 도금하여 탄화 규소 타일의 전면에 1㎛ 두께의 니켈 도금층을 형성하였다. 니켈 도금층 상에 액상가압공정 방법으로 알루미늄층이 형성된 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재를 제조하였다.

[74] 비교예 1

[75] 표면이 개질 되지 않은 탄화 규소 타일의 전면에 액상가압공정 방법으로 알루미늄층이 형성된 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재를 제조하였다.

[76] 실험예 1

[77] ASTM D7334-08의 표준 방법으로 이용하여 실시예 1 내지 6 및 비교예 1의 복합재의 젖음각을 측정하여 도 8에 나타내었다.

[78] 실험예 2

[79] Push-out 계면강도 측정용 표준 방법으로 이용하여 실시예 1, 실시예 3 내지 6 및 비교예 1의 복합재의 결합 강도를 측정하여 도 9에 나타내었다.

[80] 도 8 및 도 9를 살펴보면, 본 발명의 방법에 의해 표면 개질된 탄화규소 타일로 제조된 실시예 1 내지 6의 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재는 비교예 1의 복합재 보다 접합층에서의 Al_4C_3의 생성을 억제 및 지연시킴으로써 젖음각이 증가되고, 계면 결합력이 월등하게 증가된 것을 확인할 수 있다. 특히 실시예 1 내지 3과 같이 SiO_2 층을 접합층으로 형성시켰을 때 하이브리드 복합재의 계면 결합 강도가 가장 많이 증가된 것을 확인할 수 있다.

청구범위

[청구항 1] 탄화규소 타일; 및
상기 탄화규소 타일의 외부면의 적어도 일부분에 형성된 알루미늄 함유층;
을 포함하고,
상기 탄화규소 타일 및 알루미늄 함유층 사이에 접합층을 포함하는,
탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재.

[청구항 2] 제1항에 있어서,
상기 접합층은,
상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분을 산화처리하여 형성된 산화물층;
상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분을 금속 무전해 도금하여 형성된 금속 도금층;
상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분에 금속분말을 용사 코팅하여 형성된 금속분말 코팅층; 또는
상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분에 형성된 금속분말 코팅층을 질화 처리하여 형성된 질화물층;
을 포함하는 것인, 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재.

[청구항 3] 제2항에 있어서,
상기 산화물층은 SiO_2을 포함하고,
상기 금속 도금층은 니켈, 구리 또는 이 둘을 포함하며,
상기 금속분말 코팅층은 규소 분말을 포함하고,
상기 질화물층은 Si_3N_4를 포함하는 것인, 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재.

[청구항 4] 제1항에 있어서,
상기 접합층은 Al_4C_3-프리인 것인, 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재.

[청구항 5] 탄화규소 타일을 준비하는 단계;
상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분을 표면 개질하는 단계; 및
상기 탄화규소 타일의 표면 개질된 부분에 알루미늄 함유층을 형성하는 단계;
를 포함하는,
탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재의 제조방법.

[청구항 6] 제5항에 있어서,
상기 표면 개질하는 단계는, 상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분을 산화시켜 SiO_2를 포함하는 산화물층을 형성하는 것인, 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재의 제조방법.

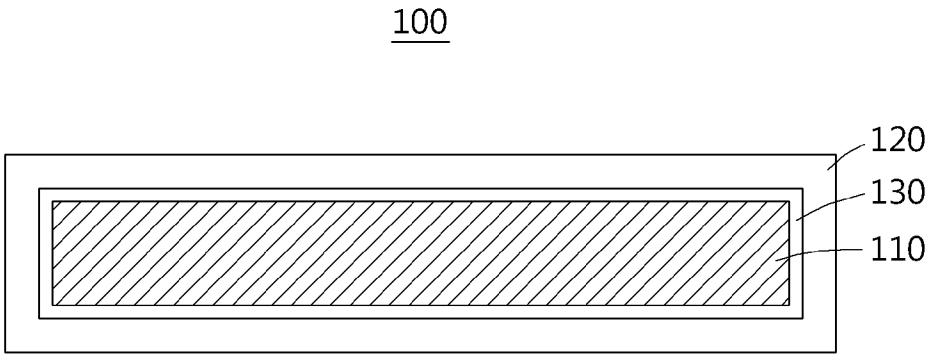
[청구항 7] 제5항에 있어서,
상기 표면 개질하는 단계는, 상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분을 금속 무전해 도금하여 금속 도금층을 형성하는 것이고
상기 금속은, 니켈, 구리 또는 이 둘을 포함하는 것인, 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재의 제조방법.

[청구항 8] 제5항에 있어서,
상기 표면 개질하는 단계는, 상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분에 규소분말을 용사 코팅하여 규소분말을 포함하는 금속분말 코팅층을 형성하는 것이고,
상기 용사 코팅은 고속화염 용사 또는 플라즈마 용사에 의하여 수행하는 것인, 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재의 제조방법.

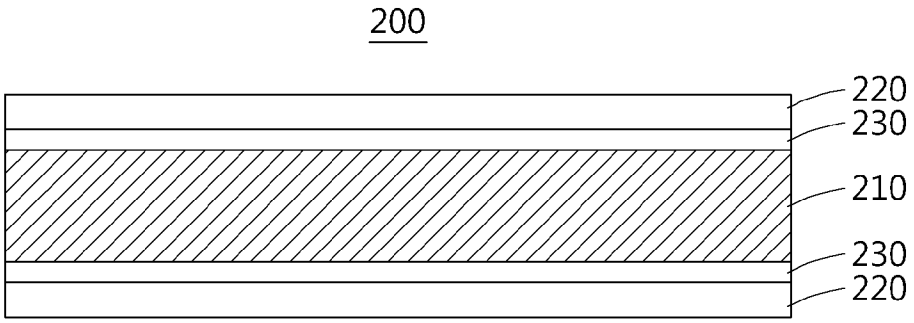
[청구항 9] 제5항에 있어서,
상기 표면 개질하는 단계는, 상기 탄화규소 타일의 표면의 적어도 일부분에 규소분말을 용사 코팅하여 규소분말 코팅층을 형성한 이후 상기 규소분말 코팅층을 질화 처리하여 Si_3N_4층을 포함하는 질화물층을 형성하는 것인, 탄화규소 타일/알루미늄 하이브리드 복합재의 제조방법.

WO 2017/051992 PCT/KR2015/013637

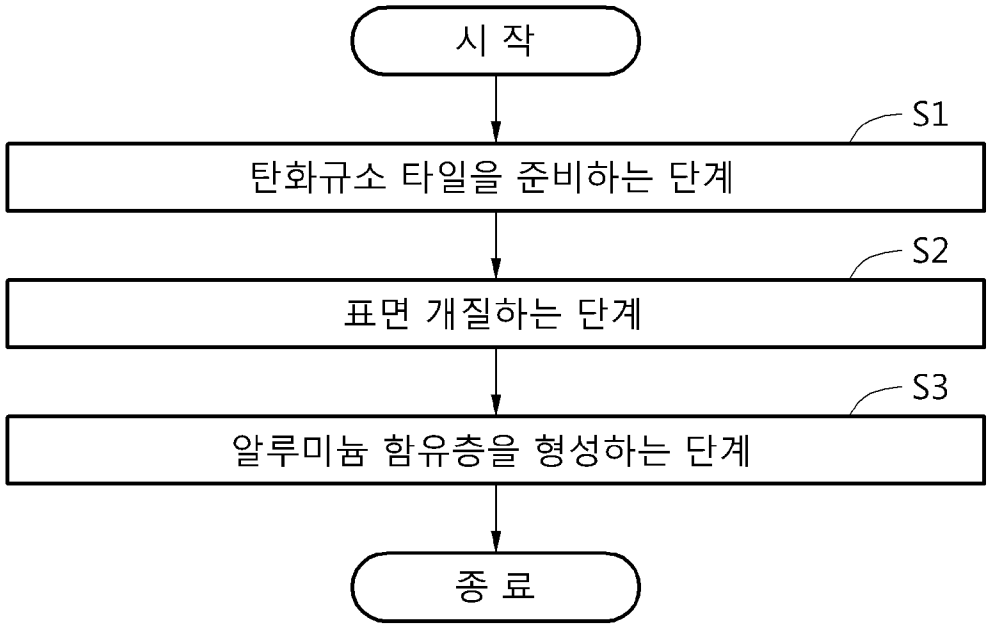
[도1]



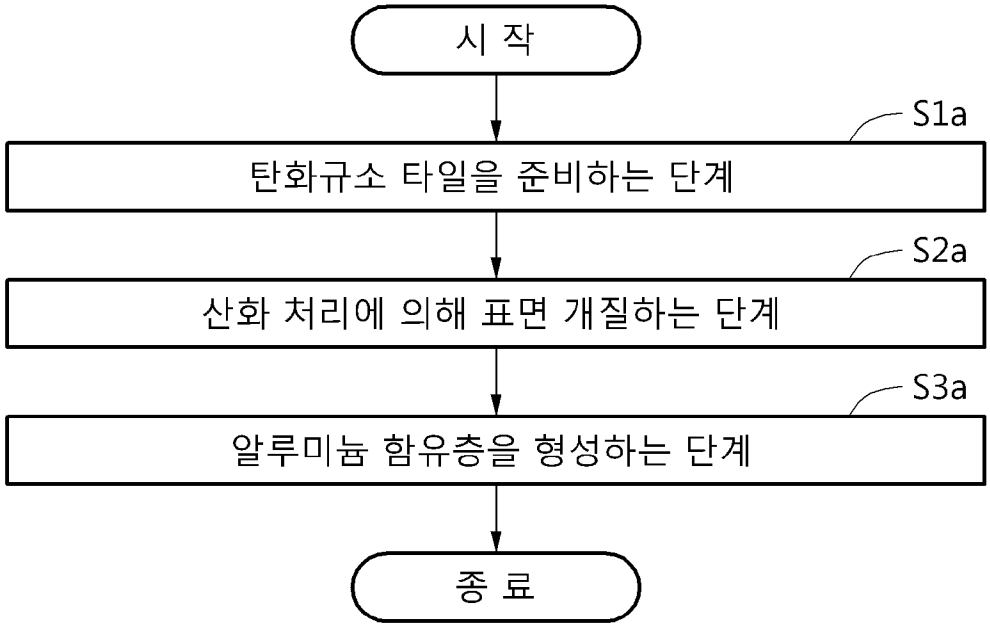
[도2]



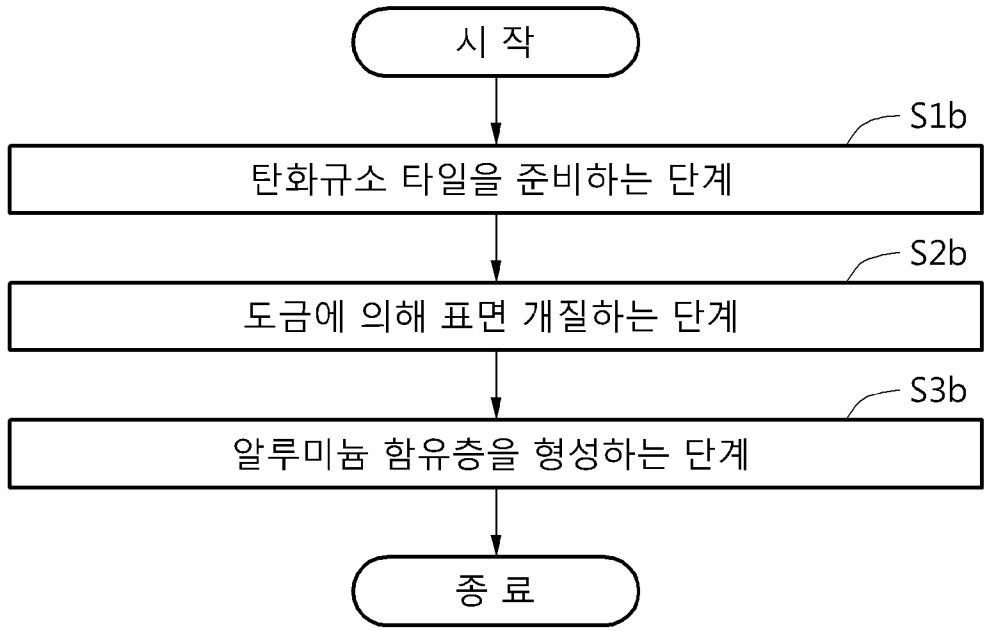
[도3]



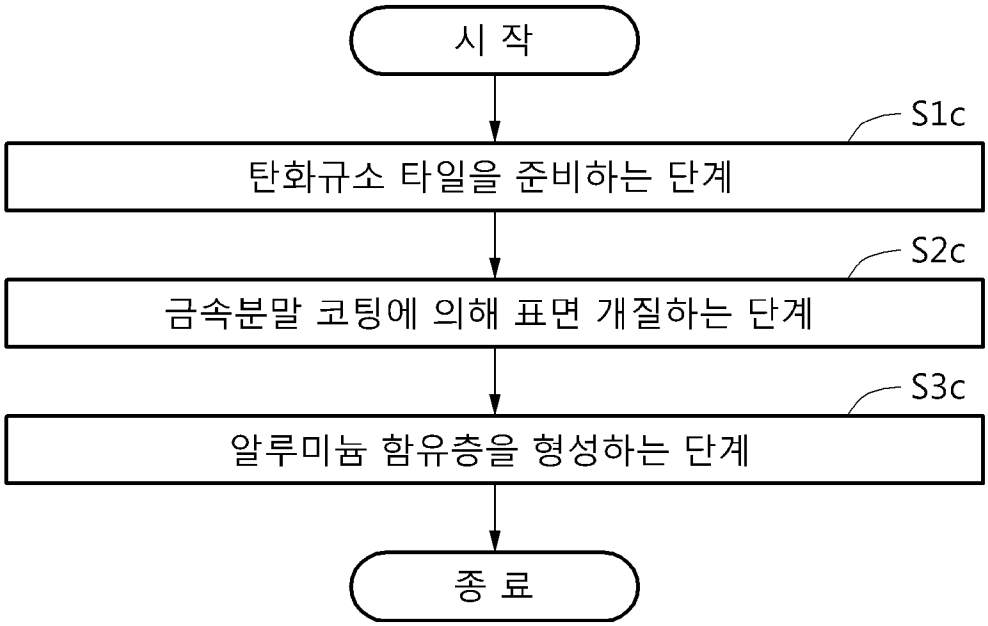
[도4]


시 작
S1a
탄화규소 타일을 준비하는 단계
S2a
산화 처리에 의해 표면 개질하는 단계
S3a
알루미늄 함유층을 형성하는 단계
종 료

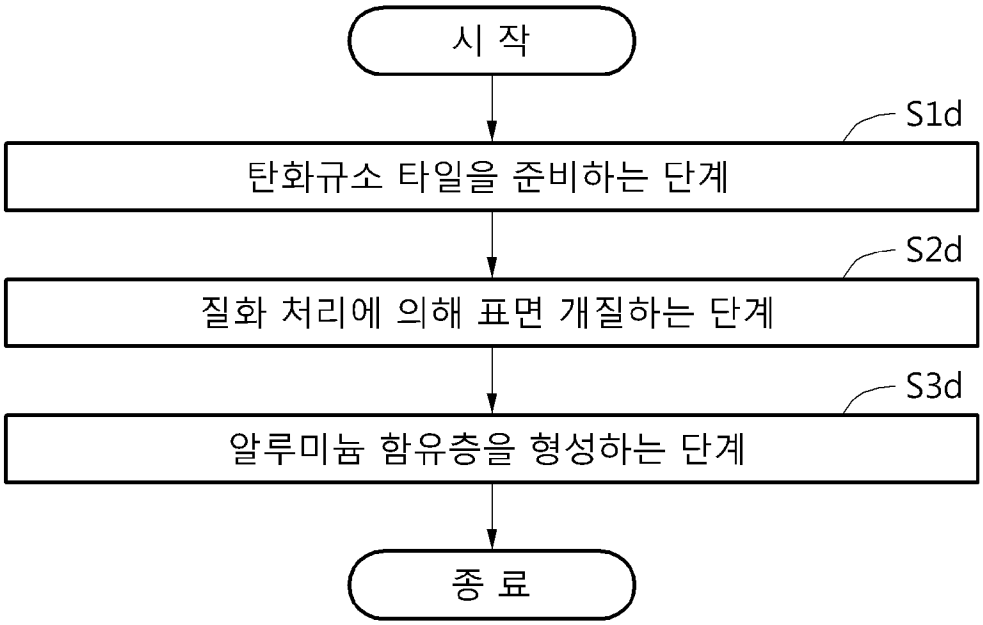
[도5]


시 작
S1b
탄화규소 타일을 준비하는 단계
S2b
도금에 의해 표면 개질하는 단계
S3b
알루미늄 함유층을 형성하는 단계
종 료

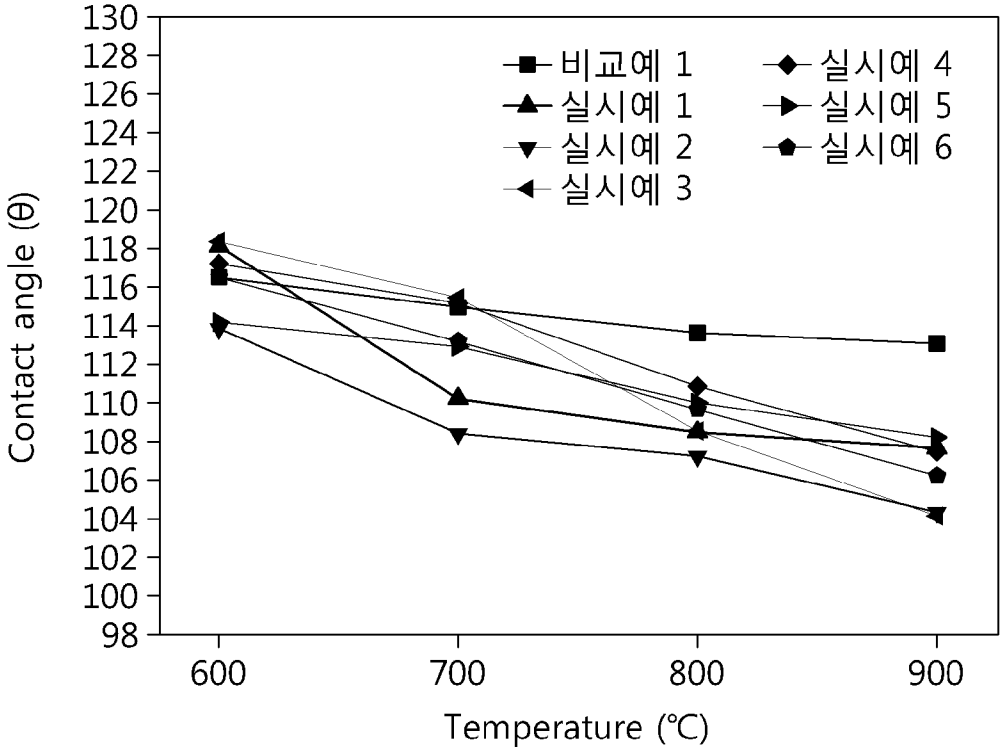
[도6]


시 작
S1c
탄화규소 타일을 준비하는 단계
S2c
금속분말 코팅에 의해 표면 개질하는 단계
S3c
알루미늄 함유층을 형성하는 단계
종 료

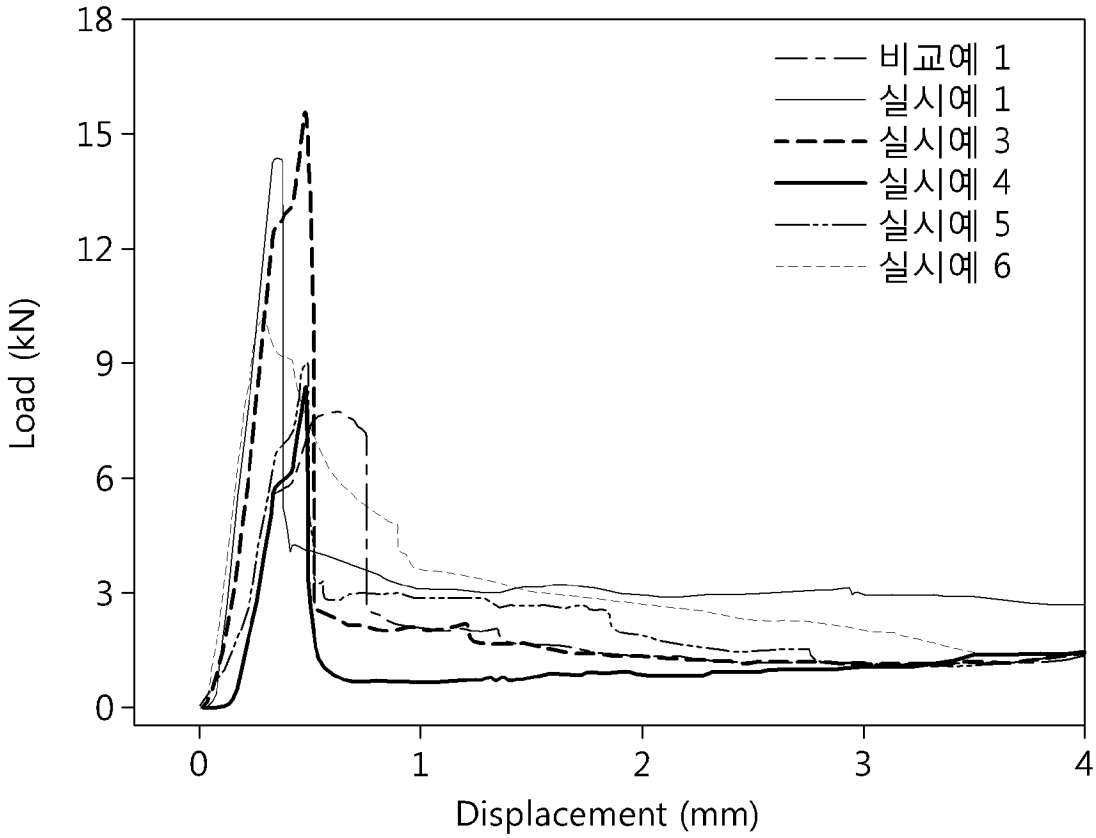
[도7]


시 작
S1d
탄화규소 타일을 준비하는 단계
S2d
질화 처리에 의해 표면 개질하는 단계
S3d
알루미늄 함유층을 형성하는 단계
종 료

[도8]


Contact angle (θ)
Temperature (℃)
비교예 1
실시예 1
실시예 2
실시예 3
실시예 4
실시예 5
실시예 6

[도9]


Load (kN)
Displacement (mm)
비교예 1
실시예 1
실시예 3
실시예 4
실시예 5
실시예 6

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/KR2015/013637

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B32B 9/00(2006.01)i, B32B 15/08(2006.01)i, C23C 14/34(2006.01)i, C23C 4/12(2006.01)i, C23C 18/12(2006.01)i, C23C 18/16(2006.01)i, C23C 28/02(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B32B 9/00; H01L 23/373; B22D 19/00; C22C 1/10; B22D 19/14; B22D 18/02; B22D 27/11; C04B 35/565; C04B 41/85; C04B 41/88; B32B 15/08; C23C 14/34; C23C 4/12; C23C 18/12; C23C 18/16; C23C 28/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above
Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) & Keywords: silicon carbide, aluminum, composite, oxidation, nitride, plating, metal powder, coating

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2000-141022 A (DENKI KAGAKU KOGYO KK.) 23 May 2000 See paragraphs [0026], [0027]; and claim 1.	1-6
A		7-9
A	KR 10-1512765 B1 (T&MATERIALS CO., LTD.) 16 April 2015 See claim 7.	1-9
A	KR 10-1334503 B1 (DENKI KAGAKU KOGYO KABUSHIKI KAISHA) 29 November 2013 See claim 5.	1-9
A	JP 2001-332668 A (HITACHI METALS LTD.) 30 November 2001 See claim 1.	1-9
A	JP 11-116363 A (DENKI KAGAKU KOGYO KK.) 27 April 1999 See claim 1.	1-9

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
21 JULY 2016 (21.07.2016)	**25 JULY 2016 (25.07.2016)**
Name and mailing address of the ISA/KR Korean Intellectual Property Office Government Complex-Daejeon, 189 Seonsa-ro, Daejeon 302-701, Republic of Korea Facsimile No. 82-42-472-7140	Authorized officer Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2015)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/KR2015/013637

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member	Publication date
JP 2000-141022 A	23/05/2000	JP 3698571 B2	21/09/2005
KR 10-1512765 B1	16/04/2015	CN 104972096 A	14/10/2015
		WO 2015-156527 A1	15/10/2015
KR 10-1334503 B1	29/11/2013	CN 101438401 A	20/05/2009
		CN 101438401 B	28/08/2013
		EP 2017886 A1	21/01/2009
		EP 2017886 A4	17/10/2012
		JP 5021636 B2	12/09/2012
		KR 10-2009-0008177 A	21/01/2009
		US 2009-0075056 A1	19/03/2009
		WO 2007-129715 A1	15/11/2007
JP 2001-332668 A	30/11/2001	NONE	
JP 11-116363 A	27/04/1999	JP 4233133 B2	04/03/2009

국제조사보고서

국제출원번호
PCT/KR2015/013637

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))

B32B 9/00(2006.01)i, B32B 15/08(2006.01)i, C23C 14/34(2006.01)i, C23C 4/12(2006.01)i, C23C 18/12(2006.01)i, C23C 18/16(2006.01)i, C23C 28/02(2006.01)i

B. 조사된 분야

조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)
B32B 9/00; H01L 23/373; B22D 19/00; C22C 1/10; B22D 19/14; B22D 18/02; B22D 27/11; C04B 35/565; C04B 41/85; C04B 41/88; B32B 15/08; C23C 14/34; C23C 4/12; C23C 18/12; C23C 18/16; C23C 28/02

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌
한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC
일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))
eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 탄화 규소, 알루미늄, 복합재, 산화, 질화물, 도금, 금속분말, 코팅

C. 관련 문헌

카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
X	JP 2000-141022 A (DENKI KAGAKU KOGYO KK) 2000.05.23 단락 [0026], [0027]; 및 청구항 1 참조.	1-6
A		7-9
A	KR 10-1512765 B1 (주식회사 티앤머티리얼스) 2015.04.16 청구항 7 참조.	1-9
A	KR 10-1334503 B1 (덴끼 가가꾸 고교 가부시키가이샤) 2013.11.29 청구항 5 참조.	1-9
A	JP 2001-332668 A (HITACHI METALS LTD.) 2001.11.30 청구항 1 참조.	1-9
A	JP 11-116363 A (DENKI KAGAKU KOGYO KK) 1999.04.27 청구항 1 참조.	1-9

☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다.

☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

* 인용된 문헌의 특별 카테고리:

"A" 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌

"E" 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌

"L" 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌

"O" 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌

"P" 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌

"T" 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌

"X" 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.

"Y" 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.

"&" 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

국제조사의 실제 완료일	국제조사보고서 발송일
2016년 07월 21일 (21.07.2016)	2016년 07월 25일 (25.07.2016)

ISA/KR의 명칭 및 우편주소
대한민국 특허청
(35208) 대전광역시 서구 청사로 189,
4동 (둔산동, 정부대전청사)
팩스 번호 +82-42-481-8578

심사관
조기윤
전화번호 +82-42-481-5655

국제조사보고서
대응특허에 관한 정보

국제출원번호
PCT/KR2015/013637

국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
JP 2000-141022 A	2000/05/23	JP 3698571 B2	2005/09/21
KR 10-1512765 B1	2015/04/16	CN 104972096 A	2015/10/14
		WO 2015-156527 A1	2015/10/15
KR 10-1334503 B1	2013/11/29	CN 101438401 A	2009/05/20
		CN 101438401 B	2013/08/28
		EP 2017886 A1	2009/01/21
		EP 2017886 A4	2012/10/17
		JP 5021636 B2	2012/09/12
		KR 10-2009-0008177 A	2009/01/21
		US 2009-0075056 A1	2009/03/19
		WO 2007-129715 A1	2007/11/15
JP 2001-332668 A	2001/11/30	없음	
JP 11-116363 A	1999/04/27	JP 4233133 B2	2009/03/04