

# 메카노케미칼효과에 의한 알루미늄의 질화에 관한 연구

이 민용<sup>1)</sup>, 遠藤 茂壽<sup>2)</sup>, 岩田 博行<sup>2)</sup>

## 1. 서론

질화알루미늄(AIN)은 높은 열전도도, 알루미늄이나 베리리아 보다 높은 강도, 낮은 열팽창률, 뛰어난 전기적특성 등을 갖기 때문에 전자기판(IC, LSI), 방열재(Heat Radiation Fin), 내화물 등으로의 활용이 적극적으로 검토되고 있는 물질이다.<sup>(1)</sup> 한편 AIN/AI복합체도 우수한 열적, 전기적 특성을 갖는 소재로서 Heat Sink, 경량구조체 등으로의 응용이 검토되고 있다.<sup>(2)</sup> AIN 및 AIN/AI복합체의 제조법을 개발하기 위해 많은 연구가 진행되고 있고, 여러 가지 방법이 소개되고 있지만<sup>(3-6)</sup> 간단하고 그 응용성이 높아, 최근 복합입자, 금속간화합물, 고용금속 등의 제조에 응용이 모색되고 있는 메카노케미칼효과<sup>(7)</sup>의 이용도 제외할 수 없는 중요한 방법의 하나이다. 본 연구는 메카노케미칼 효과를 이용한 알루미늄의 질화에 관한 기본적인 지식을 얻는 것을 목적으로 하고 있으며, 본 보고에서는 알루미늄을 유성밀을 사용하여 질소분위기에서 분쇄할 경우 일어나는 메카노케미칼 변화와 그 후의 재결정화에 관한 실험 결과를 보고하고자 한다.

## 2. 시료 및 실험방법

출발물질로는 순도 99.5%, 평균입경 114 $\mu$ m의 알루미늄 분말을 사용하였다. 이 알루미늄 분말을 유성밀을 사용하여 질소분위기에서 분쇄하였다. 분쇄중에 일어나는 입자의 구조변화를 확인하기 위하여 분쇄시간에 따른 분쇄산물에 대한 X-선회절분석, SEM 및 TEM관찰을 행하였다. 이상의 실험에 의해 비정질화된 것이 확인된 시료에 대해 공기 중 및 진공 중에서 열처리한 후(400~1100 $^{\circ}$ C, 1시간) 열처리시와 같은 분위기에서 상온 까지 서냉하여 재결정화 실험을 행하였다. 재결정화 실험을 행한 시료의 X-선회절분석, SEM 및 TEM관찰을 행하였다.

## 3. 결과 및 고찰

Fig.1은 알루미늄을 질소분위기에서 분쇄하였을 경우, 분쇄시간에 따른 분쇄산물의 평균 입자경( $D_{50}$ ) 변화를 나타낸 것이다. 분쇄산물의 평균입자경은 분쇄시간 약 30분 까지 시간의 경과와 함께 증가하여 분쇄시간 30분 경에 최대치(540 $\mu$ m)를 보이고 있다. 분쇄시간이 30분을 초과하면 입자경이 감소하기 시작하여 분쇄시간 120시간 후에 2.7 $\mu$ m 정도로 되고 있다. 이는 연성을 갖는 알루미늄 분말이 분쇄에너지에 의해 소성변형과 파단, 신생면의 압착에 의한 응집을 반복하여 그 크기가 증가하다가, 가공경화 및 피로파괴에 의해 미분화가 진행되기 때문인 것으로 생각된다. Fig.2는 분쇄전의 시료와 분쇄시간 30분 경의 산물의 형상을 나타낸 것이다.

Fig.3은 128시간 분쇄한 분쇄산물의 SEM 및 TEM사진을 나타낸 것이다. SEM사진에 의하면 입자는 주로 마찰에 의한 표면분쇄에 의해 미세화 된 것으로 사료되며, TEM사진에 의해 비정질 상태로 존재함을 알 수 있다. Fig.4에 분쇄시간에 따른 분쇄산물의 X-선회절분석결과를 나타내었다. 분쇄시간의 증가와 함께 X-선회절선의 강도가 감소하여 분쇄시간 128시간에서 완전히 비정질화 되는 것을 알 수 있다. 분쇄 도중  $Al_2O_3$ 나 AIN의 생성은 관찰되지 않았다. Fig.5는 분쇄에 의해 비정질화 된 시료를 공기중 및 진공중에서 1100 $^{\circ}$ C에서 1시간 동안 가열한 후 동일 분위기에서 상온까지 서냉시킨 시료의 X-선회절분석 결과이다.

주요어 : 질화알루미늄, 메카노케미칼효과, 유성밀

1)대한광업진흥공사, 2)일본 자원환경기술총합연구소, mylee@kores.or.kr

대기중에서 처리한 시료에서는  $Al_2O_3$  및  $AlN$ 의 피크가 관찰되나 진공중에서 처리한 시료에서는  $Al_2O_3$ 의 피크는 보이지 않고  $AlN$  및  $Al$ 의 피크가 관찰되고 있다. 이상의 결과로부터  $Al$ 을 질소분위기에서 장시간 분쇄할 경우 질소가 분산된 비정질상이 형성됨을 추측할 수 있다. 비정질 입자를 열처리한 후 SEM관찰 하였을 경우  $Al$ 의 용융상은 관찰되지 않았다.

#### 4. 결론

$AlN$  및  $AlN/Al$ 복합체의 제조에 있어 메카노케미칼효과와 이용 가능성을 검토하여 다음과 같은 사실들을 발견하였다.

- (1) 알루미늄을 유성밀을 사용하여 질소분위기에서 분쇄하여 질소가 분산된 비정질상을 얻는 것이 가능하다.
- (2) (1)의 방법에 의하여 얻어진 분말을 공기중,  $1100^\circ C$ 에서 1시간 동안 가열한 후 상온까지 서냉하면  $Al_2O_3/AlN$ 의 결정이 생성된다.
- (3) 같은 분말을 진공중,  $1100^\circ C$ 에서 1시간 가열한 상온으로 서냉시키면  $AlN/Al$ 의 결정을 얻는 것이 가능하다.

#### 참고문헌

- 1) Laurel M. Sheppard, Ceramic Bulletin, 69[11]1801(1990)
- 2) Cetin Toy and William D. Scott, J.Am.Ceram.Soc.,73[1],97(1990)
- 3) K.Komeya, N.Matsukaze and T.Meguro, J.Ceram.Soc.Japan, 101[12],1319(1993)
- 4) S.Abe, S.Saji and S.Hori, J.Japan Inst. Metals, 54[8],895 (1990)
- 5) S.Ito, I.Ebato, H.Fukui, N.Koura and N.Yoneda, J.Ceram.Soc.Japan,100[5],629(1992)
- 6) S.Matsuo, N.Hotta and Y.Nishiwaki. Yogyo-Kyokai-Shi,83[10](1995)
- 7) Y.Ogino, J.Soc.Powder Technol. Japan,29[12](1992)
- 8) 遠藤 牧男, 吉川 雅浩, 田中 俊成, 近藤 光, 일본분체공학회 춘계연구발표회 강연집 (1994)

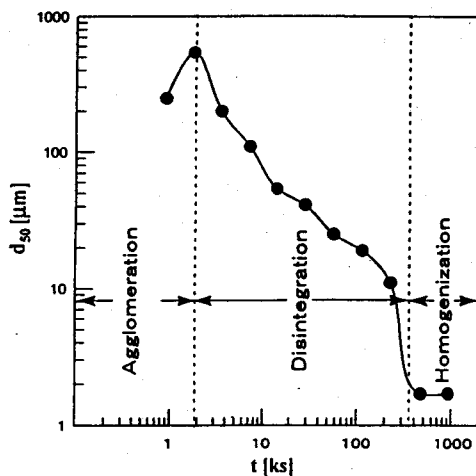


Fig.1 Change of the median diameter  $d_{50}$  of aluminum powder ground under the  $N_2$  atmosphere as a function of grinding time  $t$ .

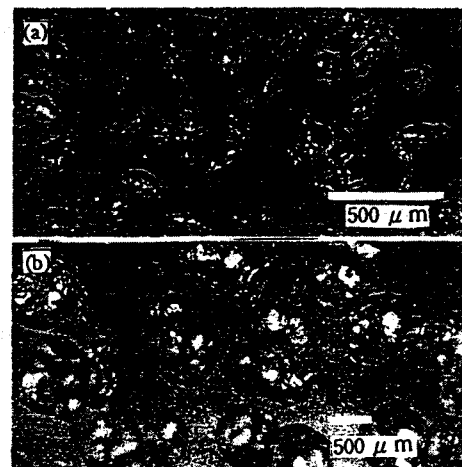


Fig.2 Photographs of particle as received(a) and ground for 30min. under  $N_2$  atmosphere(b).

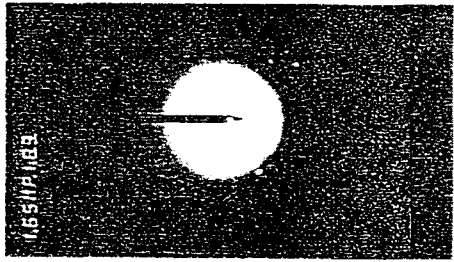
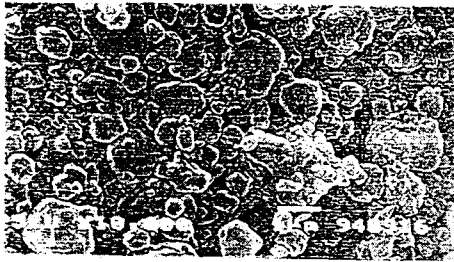


Fig.3 SEM photograph and diffraction pattern of Al ground for 120hrs. under  $N_2$  atmosphere.

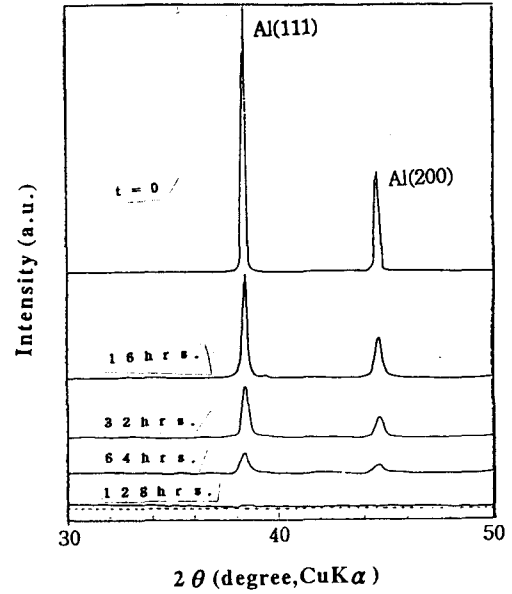


Fig.4 Change in the X-ray diffraction pattern of Al ground under  $N_2$  atmosphere for the indicated time.

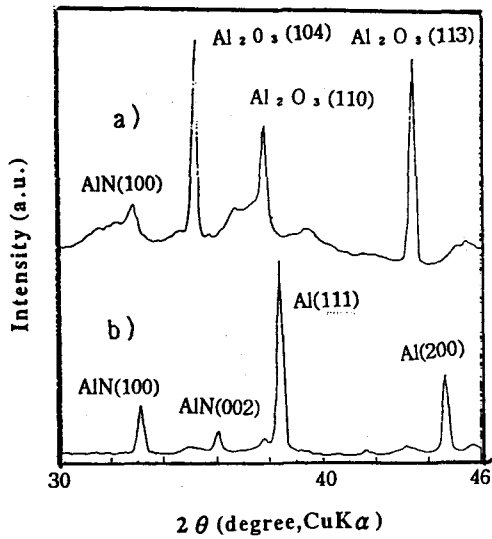


Fig.5 X-ray diffraction pattern of powder annealed at  $1100\text{ }^\circ\text{C}$  for 1hr. under air atmosphere(a) and  $N_2$  atmosphere(b) after ground for 128hrs. under  $N_2$  atmosphere.