

## Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·18H<sub>2</sub>O로부터 AlN 분말의 합성 : I. 침전법

이홍림 · 송태호

연세대학교 요업공학과  
(1991년 3월 12일 접수)

### Synthesis of AlN Powder from Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·18H<sub>2</sub>O: I. Precipitation Method

Hong-Lim Lee and Tae-Ho Song

Dept. of Ceramic Eng., Yonsei Univ.

(Received March 12, 1991)

#### 요 약

Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·18H<sub>2</sub>O 수용액으로부터 침전법을 이용하여 pH=5~11의 범위에서 알루미늄 수산화물을 제조하고 이를 탄소열환원 질화하여 AlN 분말을 합성하였다. 1200~1350°C에서 수산화물의 침전 pH, 반응온도 및 시간에 따른 질화반응성을 X선 회절분석으로 살펴보고, 상업용 α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말을 사용한 경우와 비교하였다. 높은 pH에서 얻은 수산화물일수록 보다 우수한 질화반응성을 나타내었는데, DTA/TG, BET 등의 결과로 볼 때 승온과정에서 분해되는 구조수의 양과 전이 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>로부터 α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>로의 전이속도에 의존하는 반응 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 비표면적 차이가 그 주된 요인인 듯이 보인다.

#### ABSTRACT

AlN powder was synthesized by carbothermal reduction and nitridation of aluminum hydroxides precipitated in 5~11 pH range from Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·18H<sub>2</sub>O aqueous solution. Nitridation reactivity of hydroxide, which depends on precipitation pH, reaction temperature and time, was examined by XRD analysis at 1200~1350°C and compared with that of commercial α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Hydroxides obtained at higher pH could be more easily nitridated and, considering DTA/TG and BET results, the reason seems to be specific surface area difference of reactants depending on the content of decomposed structural water and the transition rate from transition-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> to α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

#### 1. 서 론

AlN은 wurtzite형의 강한 공유결합성 물질로서 상당한 강도(450 MPa)와 금속에 대한 우수한 내식성을 가지고 있으므로 고온 구조 재료로 유용하지만, 고열전도성(100~260 W/mK), 고절연성(R.T. >10<sup>9</sup> Ωcm), Si chip과 유사한 열팽창계수(4.4×10<sup>-6</sup>/°C) 등과 같은 특성 때문에 기존의 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>에 비해 높은 신뢰도와 고속 방열이 요구되는 IC package 및 기판 재료로서 관심이 집중되고 있다. 그러나 AlN의 열전도도는 미량의 금속 또는 산소 불순물에 의해 크게 저하되므로, 출발 분말의 순도가 높지 않다면 고온에서의 승화 또는 환원 분위기에서 열처리를 통하여 입계 또는 grain내의 산소 함량을 낮춰 줄 필요가 있다. 또한 소결성을 촉진시키기 위해서는

입경이 작고 입도 분포가 좁은 분말의 사용이 필수적이다<sup>1-3)</sup>.

AlN의 합성방법으로서 알루미늄 전극을 이용한 DC-Arc법, 암모니아와 알루미늄 할로겐화물의 기상반응에 의한 CVD법, 유기 precursor의 열분해법, plasma법 등이 개발되어 있긴 하지만, 공업적으로 가장 일반적인 방법은 금속 알루미늄의 직접질화법과 20세기 초 Serpek 법에서 비롯된 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 환원 질화법이다<sup>2,4-6)</sup>. 본 연구에서와 같이 알루미늄을 탄소로 환원 질화시키는 경우 열역학적 계산에 의하면 질화반응은 CO를 통한 기상반응(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+3CO=2AlN+3CO<sub>2</sub>; 1200~1350°C ΔG°=102.111~107.886 kcal/mole)보다는 고상반응(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+3C=2AlN+3CO; 1200~1350°C ΔG°=40.494~27.984 kcal/mole)을 통해 주로 일어나므로 반응물의 분말특성

과 혼합상태가 중요하다<sup>6,7)</sup>. 따라서 이전의 보고들에서는 주로 안정상인  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 를 질화시켰지만, 본 실험에서는 질화되는  $\text{Al}_2\text{O}_3$  분말의 반응성을 높이기 위하여, 값싼 출발원료( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ )로부터 실험실적 규모로 분쇄공정없이 손쉽게 고순도의 미분말을 얻을 수 있는 침전법을 이용하여 여러가지 pH에서 알루미늄 수산화물을 제조한 후 이를 직접 열탄소 환원 질화시켜 AlN 분말을 합성하였다<sup>8,9)</sup>. 상업용  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 를 사용한 경우와 비교하고 pH에 따른 각 수산화물들 사이의 질화반응성 차이도 살펴보았다. 아울러 반응온도에서의 질화되는  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 에 근거하여 합성된 AlN 분말의 특성을 설명하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. 알루미늄 수산화물의 제조

$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  (>99%, Merck사)를 증류수에 녹인 수용액을 25°C에서 자력교반기로 교반시키면서 암모니아수( $\text{NH}_4\text{OH}$ )를 가하여 pH=5, 7, 9, 11에서 침전물을 얻고 침전물을 안정화시키기 위해 약 12 h 동안 교반하였다. 이를 증류수로 1차, 에틸알코올로 2차 여과/세척한 후, 에틸 알코올에 분산시켜 약 6 h 동안 교반시킨 다음 110°C에서 건조하여 알루미늄 수산화물을 제조하였다.

### 2.2. AlN 분말 합성

질화 반응속도를 높여 질화가 완료되는 것을 돕고 생성되는 AlN 분말의 응집성을 조절하기 위하여 각 수산화물에 대해 환원제로서 carbon black을  $\text{C}/\text{Al}(\text{OH})_3$ 가 7몰비가 되도록 과량 첨가한 후 24시간 습식 볼 밀링하여 혼합하였다<sup>9)</sup>. 이 때 수산화물은 모두  $\text{Al}(\text{OH})_3$ 로 가정하고 칭량하였다. 이 혼합물을 원직적으로 310 kg/cm<sup>2</sup>의 압력하에 pellet으로 만든 후 직경 3 cm 및 6 cm인 반응관속으로 흑연 보트에 담아 넣었다. 질소를 각각 2~3과 8 cm<sup>3</sup>/s로 흘려 넣으며 1200~1350°C에서 반응시켜 AlN 분말을 합성한 후, 잔류탄소를 제거하기(burning out) 위하여 650°C에서 탈탄하였다<sup>5,6)</sup>. 이를 동일한 조건하에서 상업용  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (>99.6%, Junsei Chemical Co.)를 사용한 경우와 비교하고, 또한 반응물의 상태를 pellet이 아닌 분말로 한 경우와의 차이를 살펴보았다. 이상의 실험과정을 Fig. 1에 나타내었다.

### 2.3. 질화반응 및 분말 특성 분석

온도와 시간에 따른 질화반응 정도를 X선 회절 분석기(D-Max. 3, Rigaku, 일본)로 살펴보았다. pH에 따른 질화 경향을 해석하기 위하여, pH=7과 11에서 얻은

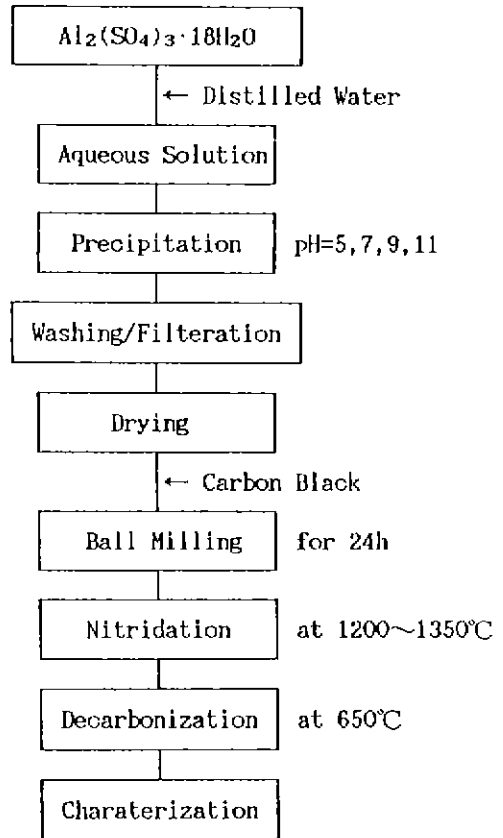


Fig. 1. Schematic diagram of experimental procedure.

알루미늄 수산화물을 공기분위기 중 25~1350°C 범위에서 5°C/min의 승온속도로 DTA/TG 분석하였고 950°C와 1350 건조 질소 또는 공기분위기에서 하소하여 비표면적을 측정하였다. 승온과정에서 수산화물이 분해하여 1350°C에서 존재하게 되는  $\text{Al}_2\text{O}_3$  분말과 상업용  $\text{Al}_2\text{O}_3$  분말 및 합성한 AlN 분말의 특성을 SEM, TEM 사진(H 600, Hitachi, 일본), 비표면적(Specific Surface Area Analyzer 848, Micrometric사), 레이저 입도 분석(SK Laser Microsizer, Seishin사) 등으로 검토하여 그 관련성을 조사하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1. 수산화물의 특성

앞서 발표된 보고에서와 같이  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  수용액의 pH를 증가시킴에 따라 침전되는 알루미늄 수산화물에서 수산기의 양이 증가함과 동시에 결정성이 점차 증가한다. XRD 분석결과 pH=5, 7, 9, 11에 대해 각각

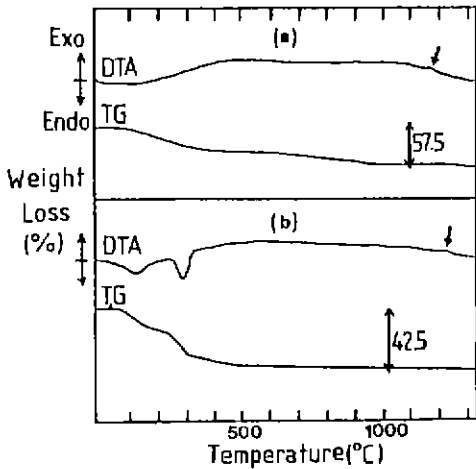


Fig. 2. DTA/TG curves of Al-hydroxides precipitated at (a) pH 7 and (b) pH 11. Arrows represent transition to  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Table 1. Specific Surface Areas of Commercial  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Calcined Al-hydroxides (Calcination conditions[Heating Rate]; \*30 min at 950°C in N<sub>2</sub>[6°C/min], #1 min at 1350°C in dry air[2°C/min] and +30 min at 1350 in N<sub>2</sub>[6°C/min])

Sample	Specific surface area (m <sup>2</sup> /g)		
Commercial $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.506		
pH 7 Al-hydroxide	108.155*	29.940 <sup>#</sup>	9.771 <sup>+</sup>
pH 11 Al-hydroxide	135.000*	77.778 <sup>#</sup>	10.725 <sup>+</sup>

비정질, 비정질, pseudo-boehmite(AlOOH), nordstrandite/bayerite/gibbsite/hydragillite(Al(OH)<sub>3</sub>)상이 관찰되었다<sup>8)</sup>.

Fig. 2는 pH 7과 11에서 얻은 알루미늄 수산화물(이하 pH 7, pH 11로 서술하였음)을 DTA/TG 분석한 결과이다. 필연적으로 응집과 비표면적 감소를 수반하게 되는, 전이 알루미늄으로부터  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>로의 전이는 pH 7, 11에 대해 각각 1180, 1230°C에서 나타났다. pH 7과 같은 비정질 수산화물은 온도 증가시 비표면적이 점점 감소하지만 pH 11과 같은 Al(OH)<sub>3</sub> 형태의 수산화물은 증가하다가 300~400°C에서 최고치를 가진 후 감소하는 것으로 알려져 있다<sup>10,11)</sup>. 따라서 Table 1에 제시한 고온에서의 비표면적값은 pH 11의 것이 보다 높으며, Fig. 3의 1350°C 30 min 열처리하여 얻은 알루미늄 분말의 TEM 사진을 비교해보면 pH 11 경우의 입자크기가 pH 7보다 약간 크지만 보다 다공질임을 알 수 있고, Table 2에 제시한 평균 입경도 pH에 따라 유사한 경향을 나타낸다<sup>10)</sup>. 이

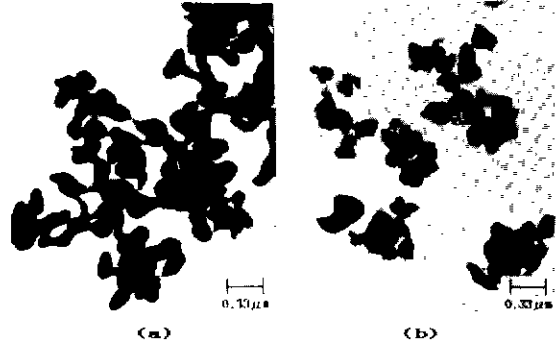


Fig. 3. TEM photographs of (a) pH 7 and (b) pH 11 Al-hydroxides calcined for 30 min at 1350°C in N<sub>2</sub>.

Table 2. Mean Particle Size of Aluminas Obtained by Calcining Hydroxides for 30 min at 1350°C

Sample		pH 5	pH 9	pH 11
Mean Particle Size (μm)	Weight %	0.95	1.21	2.06
	Number %	0.82	1.00	1.45

론상으로 수산기의 양이 pH 11보다 적은데도 TG 곡선 상으로 pH 7이 더 많은 무게 감량을 나타낸 것은, 상온에서의 입자크기는 pH 7이 pH 11보다 작음으로 인해 비표면적값은 pH 7이 3배 정도 크게 되므로<sup>8)</sup> 상온에서의 흡착수량은 pH 7이 많고 TG 곡선에 나타난 바와 같이 미세척된 황산기(SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)가 잔존한데 기인한 것으로 생각된다.

### 3.2. 질화반응성

#### 3.2.1. 수산화물

Fig. 4(a)에 온도변화에 따른 질화반응 정도를 AlN과  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 각각의 100 피크에 대한 상대 강도로 나타내었다. 어느 온도에서나 pH가 높은 경우 질화가 더 잘 되었다. Table 1에 제시한 열처리하여 얻은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 비표면적값들은 이러한 경향과 잘 일치한다. 전이 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가  $\alpha$ 상으로 변하면서 그 절대값이 크게 감소하고 차이가 좁혀지기는 하지만 여전히 pH 11의 것이 큰 값을 나타낸다. 수산화물이 분해되어 생성되는 알루미늄의 비표면적은 열처리 분위기가 건조 공기와 질소인 경우 큰 차이가 없으며, 보통 공기(room air) 중에서는 약간 낮은 것으로 알려져 있으나, 고온에서의 그 차이는 매우 미미할 것으로 기대된다<sup>11)</sup>. pH가 11인 경우에 1200~1300°C 범위에서 점선으로 표시한 것은 전이 알루미늄이 잔존하였기 때문이다. 이 때 AlN의 wurtzite(2H)형과 유사한 구조를 가진  $\chi$ ,  $\eta$ 형 전이 알루미늄이 8,  $\theta$ ,  $\gamma$ 형에

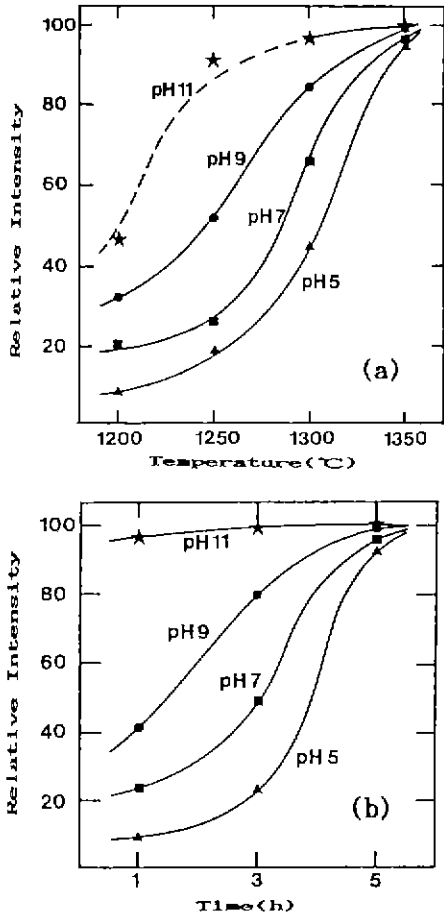


Fig. 4. Relative intensities of synthesized AlN powders as a function of (a) temperature (reacted for 5 h at each temperature) and (b) time at 1350°C.

$$\text{Relative Intensity} = \frac{I(\text{AlN})}{I(\text{AlN}) + I(\text{Al}_2\text{O}_3)} \times 100$$

비해 보다 쉽게 환원 질화됨이 관찰되었다.

Table 3는 반응온도 부근에서 존재하는 알루미늄상을 보다 면밀히 조사하기 위해 1100°C 0 min~1350°C 35 min 범위에서 환원질화시켜 얻은 생성물들을 X선 회절 분석한 결과이다. pH 11에서 DTA 곡선상의 전이온도보다 훨씬 높은 1350°C까지 전이 알루미늄이 잔존하는 이유는 반응분위기의 차이에도 있겠지만 알루미늄 입자의 표면에서부터 전이 알루미늄(2.5~3.71 g/cm<sup>3</sup>)와 비교적 유사한 밀도를 갖는 AlN(3.26 g/cm<sup>3</sup>)이 생성되는 경우보다 치밀한 α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(3.96~3.98 g/cm<sup>3</sup>)의 핵생성 또는 성장을 억제하여 전이를 지연시키는 것으로 생각된다<sup>12, 13</sup>. pH 7에서 AlN이 생성되기 이전에 전이 알루미늄이 거의 모두 α상으로 전이한 반면, pH 11에서는 이미 정상적인 전이온도를 넘어서 1300°C 이상의 온도에서 전이 알루미늄이 잔존하여 전이 알루미늄과 α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 비율은 거의 일정하면서 AlN상이 계속 증가한다는 사실이 이러한 추측을 뒷받침해준다.

Fig. 4(b)에는 1350°C에서 시간에 따른 AlN으로의 질화 정도를 Fig. 4(a)와 마찬가지로 상대강도로 나타내었다. pH에 따른 질화 경향은 같았고 특히 pH가 11인 경우 1 h에서도 미반응 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 양은 매우 적었다. 이것은 Table 3에서 1350°C 0 min 반응시킨 경우 pH 11에서만 상당량의 전이 알루미늄이 남아있고, Table 1의 1350°C, 1 min 열처리한 pH 7과 pH 11의 비표면적값에서 큰 차이가 나타난다는 사실과 일치한다. 이상의 결과를 종합해 볼 때 본 연구에서는 24시간 동안 충분히 불밀링하였으므로 어느 경우에도 혼합은 충분히 이루어졌으리라고 가정하면, 수산화물이 승온과정에서 분해되어 반응온도에서 존재하게 되는 알루미늄의 특성이 반응성을 결정하는 주된 요인이며, 따라서 pH가 높은 쪽의 수산화물이 승온과정에서 분해되는 구조수의 양이 보다 많고 α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Table 3. Phases Determined from XRD Pattern in Products Obtained by Carbothermal Reduction and Nitridation (Heating Rate=6°C/min, t-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>=transition aluminas)

Sample	pH 7 Al-hydroxide			pH 11 Al-hydroxide		
	t-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AlN	t-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AlN
1100°C 0 min	#####	+		#####		
1200°C 0 min	#	#####		#####	+	
1250°C 0 min	+	#####		#####	#	
1300°C 0 min	-	#####	-	##+	###	+
1350°C 0 min		#####	+	###	##	#
1350°C 15 min		#####	+	##+	#+	##
1350°C 35 min		###	#+	#+	#	###

※Intensity; ##### > #### > ### > ## > # > + > -

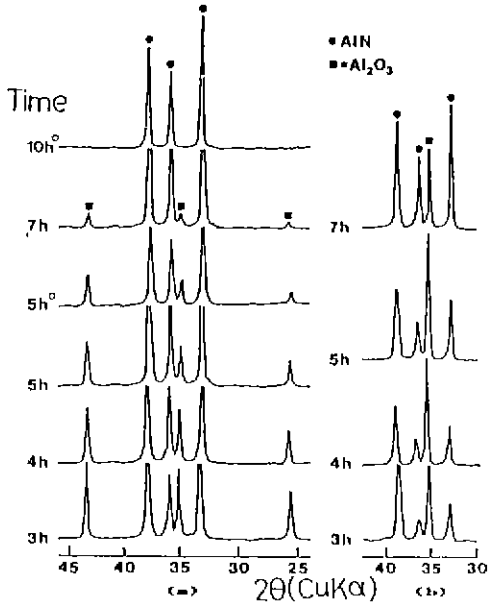


Fig. 5. XRD patterns of nitrated powders at 1350°C as a function of time. (a) pH 7, (b) commercial α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
 ○ Synthesized from powder state.

로의 전이속도가 느리기 때문에, 반응온도에서는 더 높은 비표면적값을 갖는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>로 존재하게 되어 보다 높은 질화 반응성을 나타내게 되고, 특히 pH 11의 경우에는 반응온도에서도 상당한 양의 전이 알루미늄이 존재하여 질화반응이 급격히 진행된 것으로 보인다.

3.2.2. 상업용 α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와의 비교 및 반응물의 상태에 따른 차이

pH 7과 상업용 α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>에 대해 실제적인 시료의 양을 약 2배로 하여 1350°C에서의 시간에 따른 AlN의 합성 정도를 비교한 것을 Fig. 5에 나타내었다. 전자가 거의 모두 환원 질화된 7h에도 후자에서는 상당량의 미반응물이 잔존하였으며, 이것은 Table 1에 나타낸 비표면적값에서의 큰 차이와 일치한다. 유사한 조건하에서 pH 11의 경우는 8h에 질화가 완료되었다. 또한 pH 7 수산화물을 5h 반응시킨 경우, 반응 시료의 상태가 분말이든 pellet이든 별 차이가 없음을 알 수 있다. 그러나 TEM 사진(Fig. 6)으로 관찰한 결과에 의하면 합성된 분말의 크기는 pellet쪽이 작았고 비표면적값은 분말로부터 합성한 경우에 더 높게 나타났다(Table 4). 이것은 반응 또는 생성 분말에 대한 탄소 분말의 응집억제효과와의 차이에 기인하는 것으로 생각된다<sup>6)</sup>.

3.3. 합성한 AlN 분말의 특성

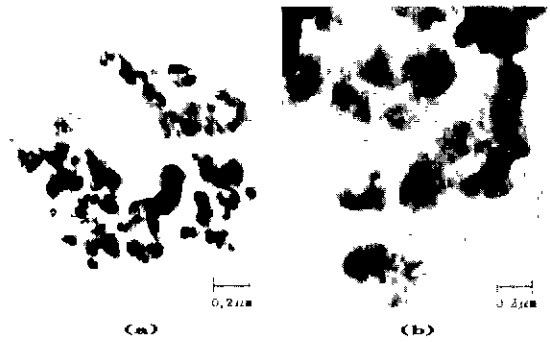


Fig. 6. TEM photographs of AlN powders synthesized from (a) pellet state and (b) powder state of pH 11.

Table 4. Specific Surface Areas of Synthesized AlN

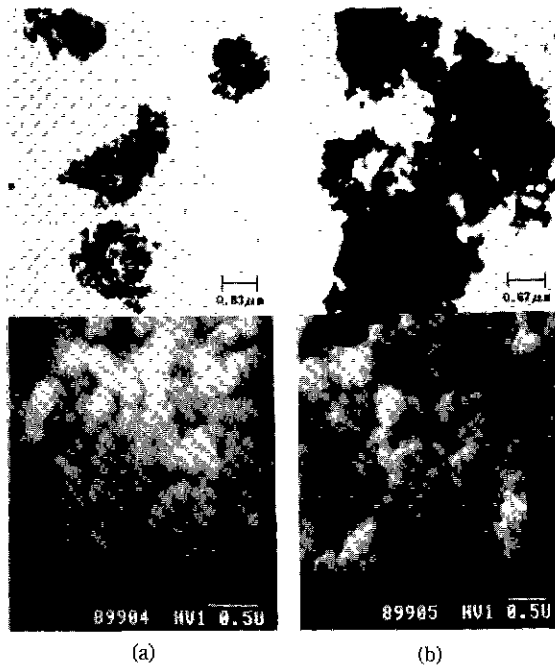
Al-hydroxide	pH 7	pH 9	pH 11
Specific Surface Area (m <sup>2</sup> /g)	36.22 (6 h)	20.75 (6 h)	20.02 (6 h)
	14.66 (12 h)*		45.73 (6 h)*
			12.41 (10 h)*

\*Synthesized from powder state

Fig. 7에 1350°C에서 합성한 AlN의 TEM 및 SEM 사진을 나타내었다. pH 11의 경우에 pH 7에 비해 응집 입자의 크기가 큰 것은 Table 2에서 제시한 반응 전 알루미늄의 입도 경향과 같으며, 반응하는 알루미늄 입자의 형상이 합성된 AlN에서 그대로 유지된다는 이전의 보고와 일치한다<sup>6)</sup>. 또한 pH 11에서는 반응온도에서 미세한 전이 알루미늄이 존재하여 초기에 다량 생성된 AlN 입자들 사이에 점진적인 응집이 발생하였을 것으로 생각된다. 따라서 Table 4에 나타낸 합성한 AlN 분말의 비표면적값은 pH 11에 비해 pH 7의 AlN이 더 높은 값을 나타내게 된다. 시료의 양이 증가함에 따라 불가피하게 반응시간이 증가하면 그 차이가 줄어들고 절대값이 감소하는 것은 반응온도에서 유지하는 동안에 Fig. 6(b)와 같은 초기에 생성된 다공성 입자들이 보다 치밀하게 되거나 입자들 사이에 응집이 발생함을 암시한다. 즉 합성된 AlN의 비표면적은 반응 전 알루미늄의 비표면적과는 상관되지 않으며, 반응시간에 따라서 감소하므로 활성이 높은 분말을 얻기 위해서는 질소 가스와 반응 시료간의 접촉면적을 높여 반응시간을 가능한 한 줄일 필요가 있다. Table 5에는 합성한 AlN 분말의 입도 분석 결과를 나타내었다. pH에 따른 전반적인 경향은 Table 2에 제시한 반응 전의 알루미늄 분말과 같음을 알 수 있으며, Fig. 7의 SEM 사진에서 나타나듯이 일차 입자 크기에는 큰 차이가 없었으므로 갯수를 기준으로 한 값은

**Table 5.** Mean Particle Size of AlN Synthesized for 6 h at 1350°C

Sample		pH 7	pH 11
Mean Particle Size (μm)	Weight %	0.9	1.3
	Number %	0.5	0.5



**Fig. 7.** TEM/SEM photographs of AlN powders each representing secondary/primary particles from (a) pH 7 and (b) pH 11.

같은 것으로 생각된다.

#### 4. 결 론

Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·18H<sub>2</sub>O로부터 침전법으로 pH=5~11에서 얻은 알루미늄 수산화물을 탄소열환원 질화시켜 AlN 분말을 제조한 후, 반응온도, 시간 및 침전 pH가 질화 반응성에 미치는 영향과, 반응온도에서 질화되는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말에 근거하여 합성한 AlN의 특성을 연구한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 비교적 저온(1350°C)에서 미세한 AlN 분말을 합성할 수 있었으며 침전법으로 제조한 수산화물은 상업용 α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>보다 높은 질화반응성을 나타내었다.

(2) 침전 pH가 높을수록 얻어진 수산화물은 분해되는 수산기의 양이 보다 많고 전이 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>에서 α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>로의

전이속도가 느리기 때문에 고온에서 보다 높은 비표면적을 갖게 되어 보다 쉽게 질화되었으며, 특히 pH 11의 경우에는 반응온도에서도 상당량의 전이 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 존재하여 급격하게 질화되었다.

(3) 합성한 AlN 분말의 비표면적은 질화반응시간에 따라 pH 7은 14.66~36.22 m<sup>2</sup>/g, pH 11은 12.41~20.02 m<sup>2</sup>/g의 범위였고, 평균 응집입자의 크기는 pH 7, 11에 대해 각각 0.9, 1.3 μm였다.

#### REFERENCES

1. 米屋 勝利, "窒化 アルミニウムセラミックスの開発," *セラミックス*, **20**(6), 506-512 (1985).
2. D.D. Marchant and T.E. Nemecek, "Aluminum Nitride: Preparation, Processing and Properties," pp. 19~54 in *Advances in Ceramics Vol 26, Ceramic Substrates and Packages for Electronic Applications*. Ed by M.F. Yan *et al.*, The American Ceramic Society, Inc., (1989).
3. G.A. Slack, "Nonmetallic Crystals with High Thermal Conductivity," *J Phys Chem. Solids*, **34**, 321-335 (1973).
4. O. Serpek, *Brit. Pat.* **13**, 579 (1906).
5. T. Sakai and M. Iwata, "Aluminum Nitride Synthesized by Reduction and Nitridation of Alumina," *窯業協會誌*, **82**(3), 181-183 (1974).
6. R. Bachelard and P. Joubert, "Aluminum Nitride by Carbothermal Nitridation," pp. 247~251 in *Ceramic Materials Research*, Ed by R.J. Brook, 1989
7. JANAF Thermodynamic Table.
8. 홍기곤, 이홍림, "침전법으로 제조한 Alumina 분말의 특성(1): 알루미늄 수산화물," *요업학회지*, **25**(2), 111-116 (1988).
9. 이홍림, 박세민, 조덕호, "알루미늄사이드로부터 AlN 분말 합성 및 분말 특성," *요업학회지*, **26**(1), 100-108 (1989).
10. 홍기곤, 이홍림, "침전법으로 제조한 Alumina 분말의 특성(2): 열처리에서 따른 Alumina 분말의 특성," *요업학회지*, **25**(3), 193-200 (1988).
11. A.S. Russell and C.N. Cochran, "Surface Areas of Heated Alumina Hydrates," *Ind. Eng. Chem.*, **42**(7), 1336-1340 (1950).
12. W.H. Gitzen, "Structure and Mineralogical Properties," p. 29~42 in *Alumina as a Ceramic Material*, Published in the American Ceramic Society, Inc., Columbus, Ohio (1970).
13. F.W. Dynys and J.W. Halloran, "Alpha Alumina Formation in Alum-Derived Gamma Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**(9), 442-448 (1982).