

## 알루미나 소결체의 열전도도에 대한 AlN의 첨가효과

김영우 · 박홍채 · 오기동

부산대학교 무기재료공학과

(1995년 10월 12일 접수)

### Effect of AlN Addition on the Thermal Conductivity of Sintered $\text{Al}_2\text{O}_3$

Yeong-Woo Kim, Hong-Chae Park and Ki-Dong Oh

Dept. of Inorg. Mater. Eng., Pusan Nat. Univ.

(Received October 12, 1995)

#### 요약

질소 분위기에서 상압소결한 알루미나 소결체의 열전도도에 대한 AlN 첨가효과를 검토하였다. AlN 함량이 1, 5 및 10 mol%로 증가하면  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN 소결체의 열전도도는 급격히 감소하지만, 20 및 25 mol%가 첨가되면 거의 일정하였다. 1~10 mol% AlN이 첨가된 알루미나 소결체의 열전도도는 1700°C의 소결온도에서 최대값을 나타내었으며, 소결온도가 1800°C로 증가하면 감소하는 경향을 보였다. 이러한 현상은 1700°C까지는  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  및  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 와 AlN이 반응하여 생성된 ALON상이 존재하나, 1750°C부터  $\gamma$ -ALON( $9\text{Al}_2\text{O}_7 \cdot \text{AlN}$ ) 및  $\phi(5\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{AlN})$ 상 등의 2차상을 생성하는 것에 기인된다. 20 및 25 mol% AlN이 첨가된 알루미나 소결체의 열전도도는 1800°C에서 최대값을 나타내며, 1600°C에서는  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  및 ALON상이 존재하나 그 이상의 온도에서는 모두 ALON상만이 존재하였다.

#### ABSTRACT

The effect of AlN on the thermal conductivity of aluminum oxide, pressurelessly sintered at nitrogen atmosphere, was investigated. Increasing aluminium nitride content up to 1~10 mol%, the thermal conductivity of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN system was significantly decreased and was constant with adding 20 and 25 mol% aluminum nitride. The thermal conductivity of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  containing 1~10 mol% AlN showed a maximum at 1700°C and decreased with increasing sintering temperatures. This phenomenon was attributed to  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  and ALON formed by reacting  $\text{Al}_2\text{O}_3$  with AlN up to 1700°C and the secondary phases such as  $\gamma$ -ALON ( $9\text{Al}_2\text{O}_7 \cdot \text{AlN}$ ) and  $\phi(5\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{AlN})$  phase above 1750°C. The thermal conductivity of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  containing 20 and 25 mol% AlN showed maximum value at 1800°C. Both  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  and ALON existed up to 1600°C, while only ALON phase existed above 1650°C.

**Key words:** *Alumina, Thermal conductivity, AlN addition, Microstructure*

#### 1. 서 론

알루미나는 전기 저항성, 열전도도, 강도, 유전특성 및 환경적 안정성 등의 우수한 특성을 지니고 있어 전자 및 광학부품, 마모부품, 고체 전해질 및 분리막 등에 광범위하게 이용되고 있다<sup>1)</sup>. 또한 AlN은 높은 열전도도, 알루미나와 베릴리아 보다 높은 강도, 낮은 열팽창계수 그리고 우수한 전기적 특성으로 인해 스위칭 모듈, 초 고주파 전력증폭 모듈, 후막 하이브리드, LED 및 레이저 다이오드 등으로 응용되고 있다<sup>2)</sup>.

$\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN계의 결정상<sup>3)</sup>,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN계의 luminescence<sup>4)</sup>,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN의 고온에서의 비양론적인 spinel 형성<sup>5)</sup>,

1800°C에서 hot-pressed한  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN계의 결정상 및 기본물성<sup>6)</sup>, hot-pressing한 AlN- $\text{Al}_2\text{O}_3$  세라믹의 물리적 및 기계적 성질<sup>7)</sup>, AlN- $\text{Al}_2\text{O}_3$ 의 hot-pressing<sup>8)</sup>,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN 계의 고온반응 및 미세구조<sup>9)</sup>, 그리고  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN의 anion controlled microstructure<sup>10)</sup>에 관한 연구 등 알루미나와 AlN 등의 열적, 기계적 특성을 이용한  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN계 소결체의 제조 및 물성에 관한 많은 연구가 수행되어 왔다. 그리고 고온에서 안정한  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN의 spinel 형태의 하나인 Aluminium Oxynitride(ALON)는 미사일용 window 재료로서의 잠재력을 지니며, 산화 저항성 및 화학적 안정성이 우수하다고 보고되어 있다<sup>11,12)</sup>.

본 연구에서는 알루미나에 AlN을 1~25 mol% 첨가,

하여 소결온도 및 AlN 첨가에 따른 생성상 분석 및 미세구조를 관찰하였다. 또한 질소 분위기에서 상압 소결한 알루미나 소결체의 열전도도 및 열화산율에 대한 AlN 첨가 효과 및 시편의 두께 의존성을 검토하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. 사용 원료

본 실험에서 사용한 알루미나 분말은 일본 Sumitomo사 제품인 AES-11C이며 평균 입경이  $0.6\text{ }\mu\text{m}$ , 비표면적은  $8.23\text{ m}^2/\text{g}$ 이었다. AlN은 응집된 입자의 크기가  $2.1\text{ }\mu\text{m}$ , 비표면적이  $4.11\text{ m}^2/\text{g}$ 으로 일본 Tokuyama Soda 사제품인 F grade였다.

### 2.2. 시편 제조

폴리에틸렌 용기에  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , AlN, 분산제 0.3 wt%(DAR-VAN-C) 및 결합제 0.5 wt%(PVB)를 넣고 ethyl alcohol을 분산제로 하여 48시간 ball mill 하였다. 혼합된 분말을 전조사키고 50 mesh sieve를 통과시켜 직경 10 mm 원형몰드 및  $30 \times 50\text{ mm}$  사각형 몰드에서 1차로 70 MPa으로 일축가압한 후, 200 MPa의 압력으로 CIP(Cold Isostatic pressing)하였다. 성형된 시편을 box furnace에서  $500^\circ\text{C}$ , 2시간 탈지하였다. 소결을 1기압의 질소가스 분위기로 전공소결로에서  $1000^\circ\text{C}$ 까지는  $5^\circ\text{C}/\text{min}$ ,  $1600\sim1800^\circ\text{C}$ 까지는  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 의 승온속도로 각 온도에서 2시간 유지시킴으로써 행하였다. 소결밀도는 Archimedes 원리를 이용하여 측정하였다.

### 2.3. 기기분석

생성상분석은 XRD(D-MAX 1400, Rigaku 사제)를 이용하여 Cuk $\alpha$ , scan speed  $4^\circ/\text{min}$ , 50 KV 및 150 mA의 조건으로 측정하였다. 소결체의 파단면의 미세구조는 SEM(JSM-840A, JEOL사제)을 이용하여 관찰하였다. 소결체 시편을 30, 15 및  $1\text{ }\mu\text{m}$  diamond paste로 연마하고  $1400^\circ\text{C}$ 에서 30분간 thermal etching한 후, image analyzer(Quantimet 570, Cambridge Instruments사제)를 이용하여 alumina의 grain size를 측정하였다.

열화산율은 양면연마한 직경 8.5 mm의 시편을 이용하여 측정했으며, 측정전에 시편양면에 Au coating 및 carbon spraying 하여 측정하였다. 현재까지 가장 간편하고 정확한 방법으로 알려진 laser flash method를 이용하여 열화산율 및 비열을 측정하였으며, 그리고 열전도도는 측정된 열화산율, 비열 및 시편의 밀도를 이용하여 계산하였다. 열화산율의 측정은 열정수측정장치

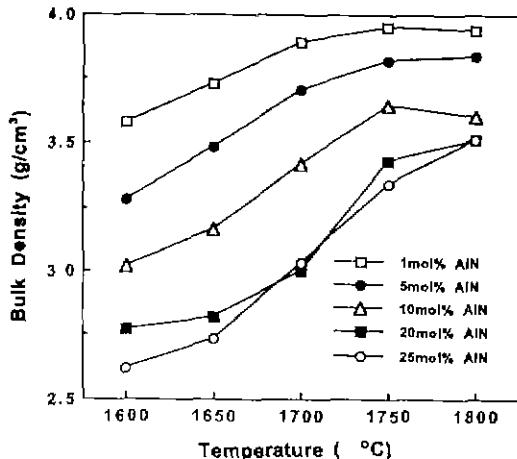


Fig. 1. Sintered density of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  specimens with various contents of AlN as a function of firing temperature.

(TC-7000, Simku-Riko사제)를 사용하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1. 생성상분석 및 소결 밀도

Fig. 1은 알루미나에 AlN을 1, 5, 10, 20 및 25 mol% 첨가한 시편을 질소분위기로 전공소결로에서 각각  $1600^\circ\text{C}$ 부터  $1800^\circ\text{C}$ 까지 2시간 동안 소결한 시편의 부피 밀도 변화를 나타낸 것이다. 1 mol% AlN이 첨가된 시편은 소결 온도의 증가에 따라 밀도가 현저히 증가하였으며 그리고  $1750^\circ\text{C}$  이상에서는 거의 이론밀도에 도달하였다. 5 및 10 mol% AlN이 첨가된 시편도 소결온도에 따라 밀도가 증가하였으며,  $1750^\circ\text{C}$  이상에서는 일정한 값을 나타내었다. AlN이 25 mol% 첨가된 시편은  $1650^\circ\text{C}$ 에서 거의 ALON만이 존재하며, 이는 이론 밀도의 73.7%에 불과하다. 20 및 25 mol% AlN이 첨가된 시편은  $1700^\circ\text{C}$  이상의 소결온도에서는 모두 ALON으로 변하여,  $1800^\circ\text{C}$ , 2시간 소결한 시편은 이론밀도의 94.6%였다.

Fig. 2는  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 에 AlN을 1~25 mol% 첨가하여 질소분위기에서  $1600^\circ\text{C}$ , 2시간 소결한 시편의 XRD 분석결과이다. AlN 함량이 증가함으로서 ALON 양은 증가하였으며,  $1600^\circ\text{C}$ 로 소결한 모든 시편에서 ALON의 생성이 확인되었다. 이는  $1600^\circ\text{C}$ 부터  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN계에서 ALON이 생성한다고 보고한 A. Lejus<sup>11</sup> 및 L.J. Gauckler 등<sup>12</sup>의 결과와 일치한다. 그러나  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN계에서 ALON의 생성은 여러 연구자<sup>5,14,15</sup>에 의해 다소 상이하며, 이러한 차이는 ALON이 단지 매우 제한된 산소 및 질소분위기

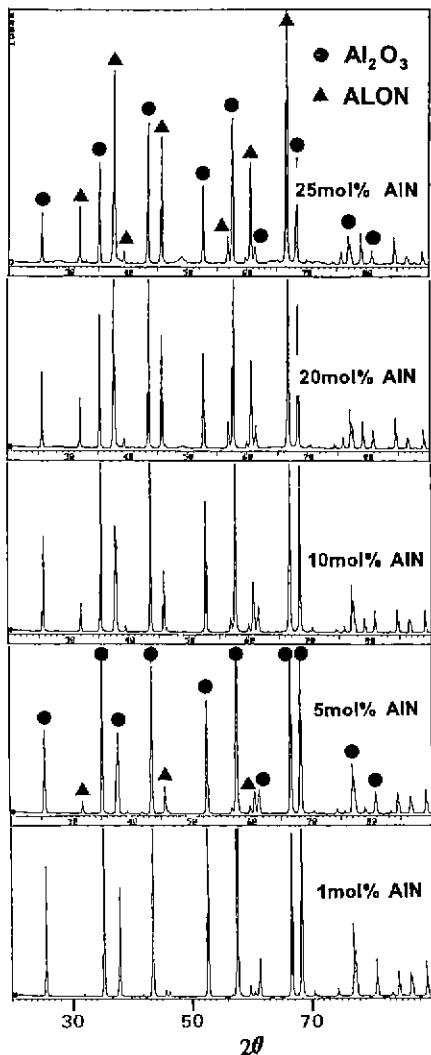


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN specimens sintered at 1600°C for 2 h with variation of AlN contents.

에서 안정하며 그리고 1750°C 이하의 온도에서는 이 반응이 매우 느려 평형에 도달하기 어렵기 때문이라고 보고하였다<sup>16)</sup>.

Fig. 3은  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 에 AlN을 1~25 mol% 첨가하여 질소분위기에서 1700°C, 2시간 소결한 시편들의 XRD 분석결과이다. 1~10 mol% AlN이 첨가된 시편에서는 소결온도의 증가에 따라 ALON상의 생성이 증가되었다. 20 및 25 mol% AlN이 첨가된 시편은 모두 ALON상으로 변화하였는데, 이러한 거동은 ALON의 안정영역이 1700°C에서 16~33 mol% AlN의 첨가로 이루어진다고 한 A. Lejus<sup>9)</sup>의 결과와는 일치하나, 그 영역이 28~32 mol%

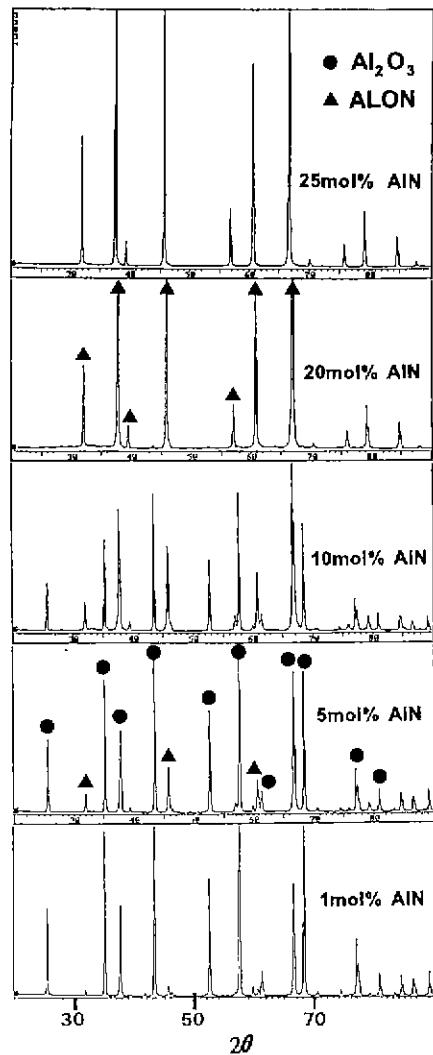


Fig. 3. X-ray diffraction patterns of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN specimens sintered at 1700°C for 2 h with variation of AlN contents.

AlN이라는 H. Takebe<sup>15)</sup>의 보고와는 다소 상이하였다. 최근의 모든 연구자들이 여전히 ALON의 고체용해도(solid solubility)는 다른 스피넬 물질에 적용되는 양론적인 스피넬 조성으로 구성되지 않는다고 보고하였으며<sup>17)</sup>, 그리고 ALON의 생성온도 및 그의 안정영역이 다른 연구자들<sup>14,15)</sup>과 상이한 것은 사용된 알루미나 및 AlN 분말의 여러가지 특성, 노내의 산소분압 그리고 소결조건 등에 기인되는 것으로 고려된다.

Fig. 4는 AlN을 1~25 mol% 첨가하여 1750°C, 2시간 소결한 시편들의 XRD 분석결과이다. 1 mol% AlN이 첨가된 시편은 1700°C와 동일하게 소량의 ALON만이 존

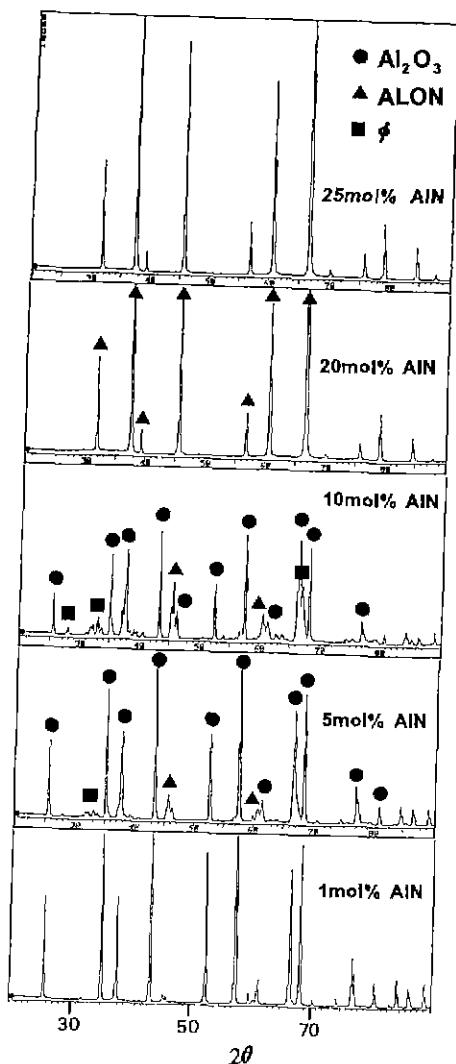


Fig. 4. X-ray diffraction patterns of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN specimens sintered at 1750°C for 2 h with variation of AlN contents.

재하였다. 5~10 mol%  $\text{AlN}^\circ$ 이 첨가된 시편에서는  $\alpha\text{-}\text{Al}_2\text{O}_3$ 를 주상으로 하고, ALON 및 새롭게  $\phi(5\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{AlN})$ 상이 생성되었다. 10 mol%  $\text{AlN}^\circ$ 이 첨가된 시편은 1800°C에서 소결함으로서 주상이  $\alpha\text{-}\text{Al}_2\text{O}_3$ 에서 ALON상으로 변화하였으며, 그리고 20 및 25 mol% 첨가된 시편은 ALON상단이 존재하였다.

### 3.2. 미세구조의 관찰 및 입성장 거동

Fig. 5에는 알루미나에 AlN을 1, 5, 10 및 25 mol% 첨가하여 질소분위기로 진공소결로에서 1600°C, 2시간

소결한 시편의 파단면의 미세구조를 나타내었다. 1 mol% AlN을 첨가한 시편은 일반적인 알루미나의 미세구조와 동일한 morphology를 지녔으며, 소량의 ALON상이 생성되었다. AlN 함량이 5 mol%에서 25 mol%로 증가함으로서 alumina grain 주위에 ALON 상이 증가하였으며, pore도 상당히 존재하였다. 5 및 10 mol% AlN이 첨가된 시편에서는 alumina grain과 ALON상의 구분이 가능하나, 25 mol% AlN이 첨가된 시편에서는  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 와 AlN간의 반응이 상당히 진행되어 grain의 구분이 불분명하였다.

$\text{Al}_2\text{O}_3$ 에 AlN을 5, 10 및 20 mol% 첨가하여 1기압의 질소분위기하에서 1700°C, 2시간 소결한 시편의 미세구조를 Fig. 6에 나타내었다. 5 mol% AlN이 첨가된 시편은 소결온도의 증가에 따라 alumina grain의 성장이 현저하였으며, pore도 감소하였다. AlN이 10 및 20 mol% 첨가된 시편에서는 소결이 진행됨으로서 porosity도 감소하였으며, ALON상의 생성도 현저히 증가하였다.

Fig. 7에는 AlN이 5, 10 및 25 mol% 첨가된 알루미나 시편을 진공소결로에서 1800°C, 2시간 소결한 시편의 파단면을 나타내었다. 5 mol%  $\text{AlN}^\circ$  첨가된 시편은 밀도곡선(Fig. 1)에서 알 수 있듯이 1800°C에서 거의 치밀화가 완료되었으며, ALON상은 주로 alumina grain의 삼중점에 존재하였다. AlN이 10 mol% 첨가된 시편의 미세구조는 일부 alumina grain이 존재하나 거의 ALON상으로 변화하였다. 그리고 25 mol% AlN이 첨가된 시편은 J.W. McCauley 등<sup>19)</sup>이 제안한 것과 동일하게 반응과 소결이 동시에 진행되어 ALON상의 치밀화가 진행되었다.

소결온도에 따른 alumina grain의 성장거동을 확인하기 위하여 1, 5 및 10 mol%  $\text{AlN}^\circ$ 이 첨가된 알루미나 시편을 1650°C, 1700°C 및 1800°C로 소결하여 연마하고, 1400°C, 30분간 thermal etching한 후, Image Analyzer로 grain area를 측정하여 Fig. 8에 나타내었다.  $\text{AlN}^\circ$ 이 1 mol% 첨가된 시편은 알루미나의 grain growth 거동과 유사하게 소결온도의 증가에 따라 grain area가 급격히 증가하였다. 그러나 5 및 10 mol% AlN이 첨가된 시편에서는 alumina의 grain area가 1 mol% 첨가된 시편과는 다르게 소결온도에 따라 증가속도가 현저히 낮았다. 이러한 현상은 5 및 10 mol% AlN이 첨가된 시편에서는 알루미나 결정립의 성장속도보다는 우선적으로 AlN이  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 와 반응하여 ALON을 형성하기 때문인 것으로 고려된다.

### 3.3. 열전도도

알루미나의 열전도도특성에 미치는 AlN 첨가효과를

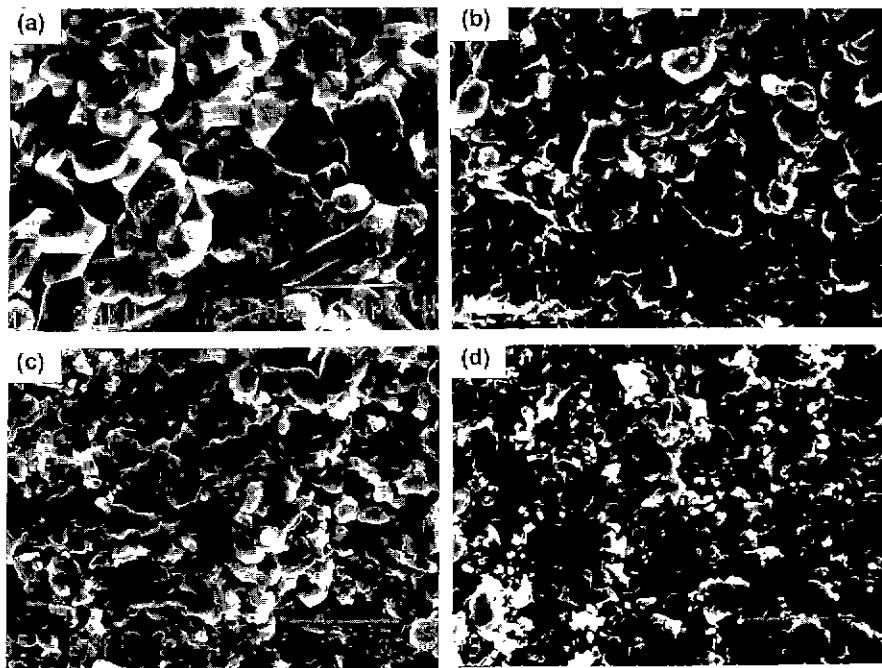


Fig. 5. SEM photograph of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN systems sintered at 1600°C, 2 h.

(a) 1 mol% AlN, (b) 5 mol% AlN, (c) 10 mol% AlN, and (d) 20 mol% AlN

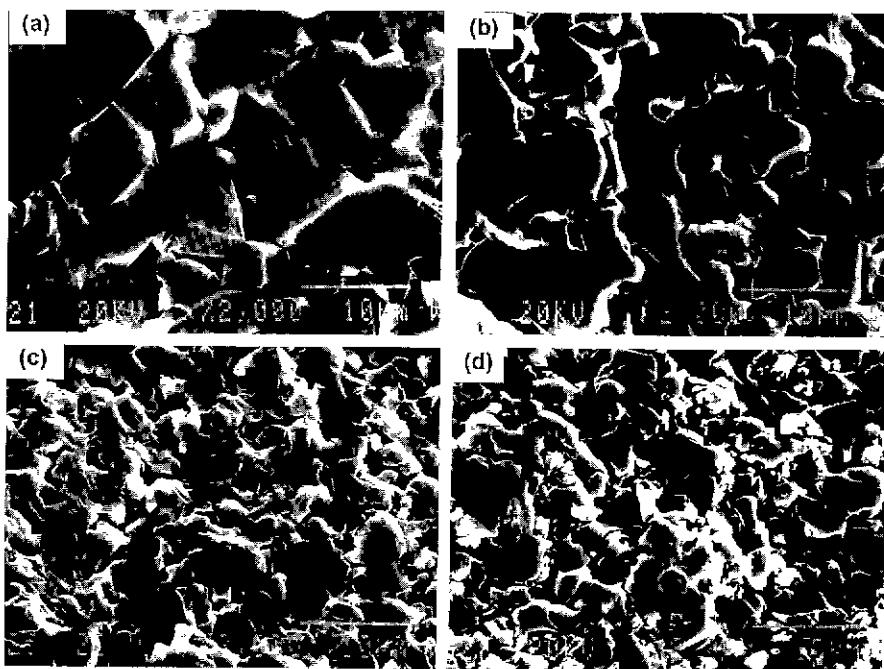


Fig. 6. SEM photograph of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN systems sintered at 1700°C, 2 h.

(a) 1 mol% AlN, (b) 5 mol% AlN, (c) 10 mol% AlN, and (d) 25 mol% AlN

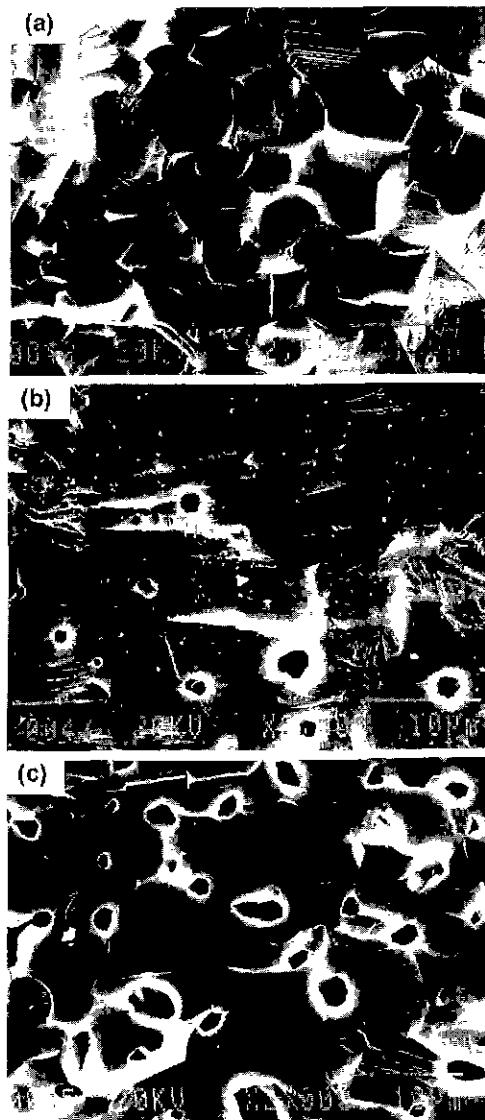


Fig. 7. SEM photographs of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN systems sintered at  $1800^\circ\text{C}$ , 2 h.  
 (a) 5 mol% AlN, (b) 10 mol% AlN, and (c) 25 mol% AlN

검토하기 위하여 알루미나에 AlN을 1~25 mol% 첨가하여  $1600^\circ\text{C}$ ,  $1700^\circ\text{C}$  및  $1800^\circ\text{C}$ 에서 소결한 시편의 열확산율 및 열전도도를 측정하였다. 두께 1.84 mm 시편의 열확산율( $a$ ) 및 비열( $C_p$ )을 열전수 측정장치로 측정하고, 측정된 밀도( $\rho$ )를 이용하여 열전도도( $k$ )는  $k = aC_p\rho$ 의 식을 사용하여 계산하였다. AlN을 1, 5, 10, 20 및 25 mol% 첨가하여  $1600^\circ\text{C}$ ,  $1700^\circ\text{C}$  및  $1800^\circ\text{C}$ 에서 소결한 시편의 열전도도는 Fig. 9에, 측정된 열확산율은 Table 1에 나타

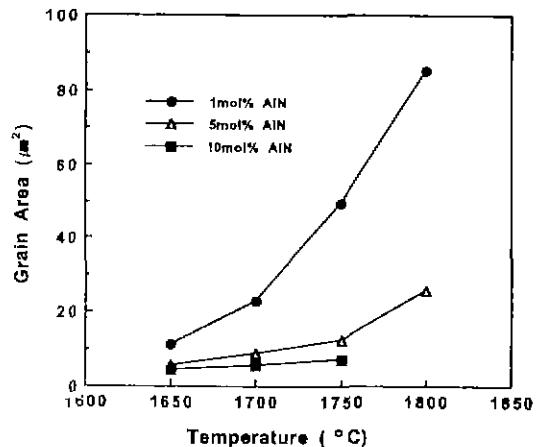


Fig. 8. Mean grain area of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  specimens with various contents of AlN as a function of sintering temperature.

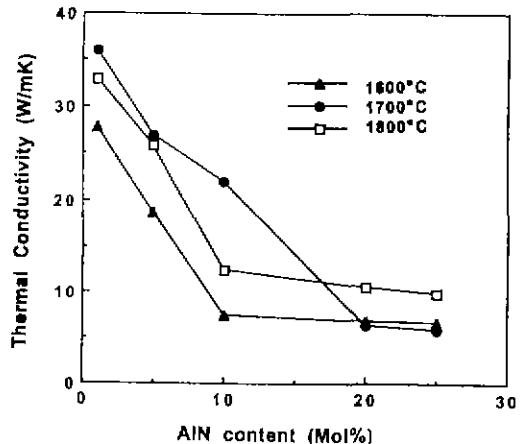


Fig. 9. Thermal conductivity of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN specimens with the sintering temperatures as a function of AlN contents.

내었다. 열전도도 및 열확산율은 AlN 함량이 1, 5 및 10 mol%로 증가함으로서 현저히 감소하다가, 20 및 25 mol% 첨가되면서 일정하였다. 이는  $1600\sim1800^\circ\text{C}$ 의 소결온도에서 1~10 mol% AlN이 첨가된 시편에서는  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 와 ALON이 공존하나, 20 및 25 mol% AlN이 첨가되면 AlN과 알루미나가 반응하여 모두 ALON상의 고용체를 형성하기 때문이다.

1~10 mol% AlN이 첨가된 알루미나 소결체의 열전도도 및 열확산율은  $1700^\circ\text{C}$ 의 소결온도에서 최대값을 나타내며, 소결온도가  $1800^\circ\text{C}$ 로 증가함으로서 감소하였다. 이러한 현상은 1~10 mol% AlN이 첨가되어  $1600^\circ\text{C}$

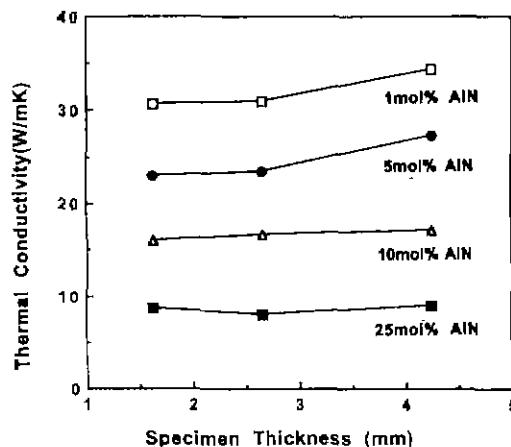
**Table 1.** Thermal Diffusivity of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN System with the Sintering Temperature

AlN Content (Mole%)	Thermal Diffusivity ( $\text{cm}^2/\text{s}$ )		
	1600°C, 2 h	1700°C, 2 h	1800°C, 2 h
1	0.092	0.113	0.106
2	0.070	0.093	0.085
10	0.033	0.077	0.043
20	0.025	0.025	0.037
25	0.028	0.024	0.036

로 소결된 시편에서는 기공율로 인하여 열전도도 값이 저하되었으며, 소결온도가 1700°C로 증가함으로써 치밀화가 완료되어 열전도도 값이 증가하였다. 그리고 Fig. 2, 3 및 4의 XRD 분석에서 알 수 있듯이 1700°C까지는  $\text{Al}_2\text{O}_3$  및  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 와 AlN이 반응하여 생성된 ALON상단이 존재하나, 1750°C부터 ALON 및 상등의 고용체의 형성에 의해 이들 시편의 열전도도가 저하되는 것으로 고려된다. 1 mol% AlN을 첨가하여 1700°C에서 소결한 알루미나 시편의 상온에서의 열전도도는 이전의 보고자들<sup>19,20)</sup>과 측정방법은 상이하나 36.0 W/mK의 유사한 값을 나타내었다. 특히 10 mol% AlN이 첨가되어 1800°C로 소결한 시편의 열화산율 및 열전도도는 1600°C에서 소결한 시편의 그것들의 2배정도의 값이 되었는데, 이는 1700°C에서 소결한 시편이 1600°C로 소결한 시편보다  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 상의 양은 작았지만, 기공율 감소에 의한 치밀화로 인해 열전도도가 현저하게 증가하였기 때문이다.

20 및 25 mol% AlN이 첨가되어 모두 ALON으로 변환된 소결체의 열전도도는 1700°C로 소결한 시편까지는 거의 유사한 값을 나타내었다. 그리고 1800°C로 소결된 ALON 시편의 열전도도는 1700°C의 시편에 비해 증가하여 10.4 W/mK로 G.D. Quinn 등<sup>21)</sup>의 결과와 비슷하였다. 이러한 현상은 1600°C에서 소결한 시편은 알루미나 상이 존재하는 반면에 1700°C로 소결한 시편은 모두 ALON상으로 변하여 밀도의 증가에도 불구하고 열전도도 값이 감소하였으며, 그리고 소결온도가 증가함으로서 ALON의 소결이 진행되어 pore가 감소하여 열전도도가 증가하였다.

시편두께와 열전도도 및 열화산율간의 관계를 확인하기 위하여 알루미나에 AlN을 1~25 mol% 첨가하여 1750°C에서 3시간 상압소결한 시편을 각각 두께 1.63, 2.65 및 4.25 mm로 연마하여 열전도도 및 열화산율을 측정하였고, 각각 Fig. 10 및 Table 2에 나타내었다. 입사에너지(2.8 KV, 800  $\mu\text{F}$  max)의 한계로 인하여 두께



**Fig. 10.** Thermal conductivity with the specimen thickness of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN systems sintered at 1750°C, 3 h.

**Table 2.** Thermal Diffusivity with the Specimen Thickness of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN System Sintering at 1750°C, 3 h

Specimen Thickness (mm)	Thermal Diffusivity ( $\text{cm}^2/\text{s}$ )			
	1 Mole%	5 Mole%	10 Mole%	25 Mole%
1.63	0.101	0.083	0.060	0.032
2.65	0.103	0.083	0.061	0.031
4.25	0.109	0.090	0.062	0.033

5.02 mm의 시편은 열전도도 및 열화산율을 측정하지 못했으나, N. Kuramoto 등<sup>22)</sup>이 AlN과 Cu등에 대한 측정결과와 유사하게 1 mol 및 5 mol% AlN이 첨가된 시편은 시편의 두께가 증가함에 따라 열전도도는 다소 증가하였다. 그렇지만 10 및 25 mol% AlN이 첨가된 시편은 두께에 따라 거의 일정한 값을 나타내었다.

#### 4. 결 론

알루미나 소결체의 열전도도에 대한 AlN 첨가효과를 검토하기 위하여 AlN을 1~25 mol% 첨가하여 상압소결한 시편의 온도에 따른 생성상 분석, 미세구조 및 열전도도를 측정하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 소결온도가 증가함으로서 알루미나와 AlN이 반응하여 ALON의 생성량이 증가하였으며 소결온도 1700°C, AlN 함량이 20 mol% 이상 함유된 시편은 모두 ALON으로 변화하였다. 그리고 1750°C 이상에는 상의 중간상을

형성하였다.

2. 1 mol% AlN을 첨가한 시편은 소결온도의 증가에 따라 alumina의 grain growth가 급격히 일어났으며, 5 mol 및 10 mol% AlN을 함유한 시편은 온도의 증가에 따라 ALON 및 상등의 생성에 의해 다소 grain growth가 억제되었다. 그리고 AlN이 20 mol 및 25 mol%이 첨가된 시편은 반응과 소결이 동시에 진행되어 소결온도가 증가함에 따라 pore가 감소하였다.

3. 알루미나소결체의 열전도도 및 열화산율은 AlN 함량이 증가함으로서 현저히 감소하다가, 모두 ALON상으로 변하는 조성에서는 일정하였다. 1700°C의 소결온도에서 열전도도가 최대값을 지니며 그 이상의 소결온도에서는 ALON 및 상등의 2차상에 기인되어 그 감소하였다.

## REFERENCES

- E. Ryshkewitch and D.W. Richerson, "Oxide Ceramics," pp. 492-501, Academic Press Inc., Florida, 1985.
- L.M. Sheppard, "Aluminum Nitride: A Versatile but Challenging Material," *Am. Ceram Soc Bull.*, **69**(11), 1801-1812 (1990).
- G. Long and L.M. Foster, "Crystal Phases in the System  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN," *J. Am. Ceram. Soc.*, **44**(6), 255-258 (1961).
- I. Adams, T.R. AuCoin and G.A. Wolff, "Luminescence in the System  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN," *J. Electrochem. Soc.*, **109**(11), 1050-1054 (1962).
- A. Lejus, "Formation at High Temperature of Nonsstoichiometric Spinels and of Derived Phases in Several Oxide Systems Based on Alumina and in the System Alumina-Aluminium Nitride," *Rev. Int. Hautes Temp. Refract.*, **1**(1), 53-95 (1964).
- J.L. Henry, J.H. Russel and H.J. Kelly, "The System  $\text{Al}_4\text{C}_3$ -AlN- $\text{Al}_2\text{O}_3$ : Powder Forming and Sintering Behavior, Phase Identification, and Refractory Composition Properties," *U.S. Bur. Mines, Report of Investigation*, No 7320, 1969.
- R. Kieffer, W. Wruss and B. Willer, "Physical and Mechanical Properties of AlN-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Ceramic Bodies Prepared by Hot-Pressing," *Rev. Int. Hautes Temp. Refract.*, **13**, 97-107 (1976).
- T. Sakai, "Hot-Pressing of the AlN-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> System," *Yogyo Kyoka Shi*, **86**(3), 125-130 (1978).
- J.W. McCauley and N.D. Corbin, "High Temperature Reactions and Microstructures in the  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN System," 111-118, in *Progress in Nitrogen Ceramics*, Ed. by F.L. Riley, Martinus Nijhoff, Boston, 1983.
- J.W. McCauley, K.M. Krishnan, R.S. Rai, G. Thomas, A. Zangvil, R.W. Doser and N.D. Corbin, "Anion Controlled Microstructures in the  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AlN System," 577-590, in *Ceramic Microstructures '86*, Ed. by J.A. Pask and A.G. Evans, New York and London, Plenum Press, 1987.
- T.M. Hartnett, E.A. Maguire, R.L. Gemtilman, N.D. Corbin and J.W. McCauley, "Aluminium Oxynitride Spinel (ALON)-A New Optical and Multimode Window Material," *Ceram Eng and Sci. Proceedings*, **3**, 67-76 (1982).
- A. Shimpo, H. Ide and M. Ueki, "ALON and its Composite Ceramics," *J. Am. Soc. Japan.*, **100**(4), 504-508 (1992).
- L.J. Gauckler and G. Petzow, "Presentation of Multi-component Silicon Nitride Based Systems," 41-60, in *Nitrogen Ceramics*, Ed. by F.L. Riley, Noordhoff International Publishing, 1977.
- J.W. McCauley, "A Simple Model for Aluminum Oxynitride Spinels," *J. Am. Ceram. Soc.*, **61**(7-8), 372-373 (1978).
- H. Takebe, T. Kameda, M. Komatsu, K. Komeya and K. Morinaga, "Fabrication of Translucent Sintered Aluminum Oxynitride Spinel (ALON)," *J. Ceram. Soc. Jpn. Inter. Edn.*, **97**, 163-169 (1989).
- H.X. Willem, M.M.R.M. Hendrix, G. de With and R. Metselaar, "Thermodynamics of Alon II: Phase Relations," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **10**, 339-346 (1992).
- N.D. Corbin, "Aluminum Oxynitride Spinel: A Review," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **5**, 143-154 (1989).
- J.W. McCauley and N.D. Corbin, "Phase Relations and Reaction Sintering of Transparent Cubic Aluminium Oxynitride Spinel (ALON)," *J. Am. Ceram. Soc.*, **62**(9-10), 476-479 (1979).
- M. McQuarrie, "Thermal Conductivity. VII. Analysis of Variation of Conductivity with Temperature for  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{BeO}$  and  $\text{MgO}$ ," *J. Am. Ceram. Soc.*, **37**(2), 91-95 (1954).
- W. George, "Thermal Conductivity of Alumina Ceramics in the Temperature Range 40~400°C," *Special Ceramics*, **5**, 211-223 (1972).
- G.D. Quinn, N.D. Corbin and J.W. McCauley, "Thermomechanical Properties of Aluminum Oxynitride Spinel," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **63**(5), 723-730 (1984).
- N. Kuramoto, H. Taniguchi and I. Aso, "Sintering and Properties of High Purity AlN Ceramics," *International Symposium on Ceramic Substrates and Packages, Denver, Colorado*, October 18-21, 1987.