

**자전 고온 반응 합성법을 이용한 판상형 AlN 분말 제조**  
 Synthesis of platelet aluminum nitride powder during Self-propagating  
 High-temperature Synthesis

홍익 대학교 금속·재료 공학과

\* 신미식, 이용호, 김용석

### 1. 서론

질화 알루미늄은 높은 열전도도(단결정:320W/mK)와 전기 저항성 ( $\rho > 10^{13} \Omega \text{cm}$ ), 비교적 낮은 유전 상수 ( $K=8.9$  at 1MHz at room temperature), Si과 유사한 열팽창 계수 등의 특징을 가진 재료로서 전자 패키징의 폴리머 필러와 기판재료로서 주목받고 있다. 소자의 고집적·고밀도화에 따른 단위 체적당 발열량의 증가에 따라 이러한 재료의 중요성이 더욱 부각되고 있다.

폴리머에 첨가되는 질화 알루미늄의 형상은 폴리머 복합 재료의 물리적 특성에 중요한 영향을 미치는 것으로 알려져 있다. 따라서 본 연구에서는 질화 알루미늄 분말의 형상과 크기를 자전 고온 반응 합성시 제어하고자 하였다. 현재 상업적으로 사용되고 있는 질화 알루미늄의 제조 방법에는 직접 질화법과 탄소를 이용한 간접 질화법 등이 있으나 이들 공정으로는 고순도의 생성물을 얻기가 곤란하며 이에 따른 균질화 등의 후처리 공정의 요구로 인하여 생산 단가의 상승을 초래한다. 본 연구에서는 반응물 자체의 합성열을 이용하여 분체 및 치밀한 화합물을 제조할 수 있는 자전 고온 반응 합성법(Self-propagating High-temperature Synthesis)을 이용하였다. 이 방법은 외부의 열원을 사용하지 않으므로 에너지 효율이 높으며, 높은 반응 온도와 빠른 반응 속도로 인하여 높은 생산성과 고순도의 생성물을 얻을 수 있다는 장점이 있다. 한편 filler로서의 질화 알루미늄 분말의 형상으로는, 강화재 사이의 접촉 면적의 증가로 인한 열전도도의 향상이라는 면에서 단순한 구형 분말 형상보다는 whisker(fiber)나 platelet의 형상이 바람직하다. 따라서 본 연구에서는 자전 고온 반응 합성시 생성물의 형상을 조절하기 위하여 촉매제로서 카본 분말을 첨가, 판상형 질화 알루미늄 분말을 얻고자 하였으며 또 그 입도를 제어하고자 하였다.

### 2. 실험 방법

원료 분말인 알루미늄 분말과 판상을 유도하기 위한 반응 촉매제인 카본 분말, 그리고 반응 온도를 제어하기 위한 희석제인 질화 알루미늄 분말을 알루미늄나 불과 함께 불과 분말과의 무게비로 약 1:5를 유지, Spex mill에서 3시간 동안 건식 혼합하였다. 이렇게 혼합된 분말을 균일한 stacking을 하기 위하여 40mesh sieve로 반응 용기에 적층하였다. 반응 용기는 질소의 공급원인 질소 가스가 용기 바닥까지 잘 전달되어야 하며 반응 장치로의 열전도에 의한 열손실을 최소화 하기 위하여 다공질(Porosity>40%) graphite-용기와 hard felt를 이용하였으며, 점화 방법으로는 칸탈 wire를 이용한 전기 저항 가열법으로 점화하였다. 이 때의 반응 온도는 방사 온도계를 이용하여 측정하였고, 질소 가스 압력은 0.1~0.9MPa까지 변화시켰다. 또 반응 전과 반응 후의 시료의 무게를 칭량하여 무게 증가율로 수율을 측정 하였으며, 반응 후 생성물 내의 미반응 알루미늄 함량은 원자 흡광 분석기(AA : UNICAM Atomic Absorption analyser, SOLAR 929 AA)로 분석하였다. 생성물의 미세 구조 및 성분은 XRD, SEM, EDS 등으로 분석

하였으며 생성된 질화 알루미늄의 입도는 지르코니아 분말과 분말의 무게비를 10:1로 유지, 20시간 아세톤을 용매로 한 Wet ball mill을 행한 후, 레이저 입도 분석기(Model 22, Fritsch Co. Japan)로 측정하였다.

### 3. 결과 및 고찰

본 연구에서 사용한 반응 촉매제인 carbon분말로는 활성탄, graphite, 인상 흑연 등을 사용하였다. 질소 가스 압력은 0.9MPa로 유지하여 반응 후의 무게 증가율과 SEM 관찰로부터 graphite 분말이 다른 종류의 카본 촉매제에 비하여 보다 균일한 반응을 유도하며, 무게 증가율에서도 큰 차이를 나타내었다. 또 graphite를 반응 촉매제로, 질소 가스 압력은 0.9MPa로 유지 carbon 함량을 변화시키며 생성물을 분석하였다. 그 결과 carbon 함량이 10~20wt%범위에서 주로 다량의 platelet이 생성됨을 알 수 있었다. 또한 카본 분말이 반응 촉매제로서의 역할뿐만 아니라 반응 회석제로도 작용하므로 carbon을 첨가하여 자전 고온 반응 합성시의 이른적인 단열 반응 온도를 계산하였다.

질소 가스의 영향은 다른 조건은 일정하게 유지하여 가스 압력을 0.1~0.9MPa로 변화시키며 질화 반응을 유도하였다. 가스 압력이 높을수록 반응 속도는 증가함을 알 수 있었으나 0.3MPa 이상에서는 무게 증가율 면에서는 현저한 차이는 나타나지 않았다.

마찬가지로 다른 변수들은 일정하게 하여 원료 분말의 크기를 변화시켜 질화 반응을 행하였다. 그 결과 -100+200mesh 알루미늄 분말을 사용하였을 때 반응 속도가 가장 느리며 무게 증가가 현저하였다.

### 4. 결론

자전 고온 반응을 이용 질화 알루미늄 합성시 생성물의 형상과 크기 및 수율에 영향을 주는 변수로는 반응 촉매제, 반응 가스 압력, 원료 분말 크기 등이 있으며 본 연구에서는 graphite를 판상을 유도하는 촉매제로 10~20wt%첨가하여 다량의 platelet형상의 질화 알루미늄 분말을 합성할 수 있었다. 또 생성물을 분쇄하여 그 입도를 관찰한 결과 polymer기지 복합재료의 filler용으로 적합한 크기의 질화 알루미늄 분말을 제조할 수 있었다.