

## PVA 폴리머를 사용한 저온소성용 아노르사이트의 합성 (Synthesis of Low-Firing Anorthite using PVA Polymer)

국립목포대학교 이상진\*, 이충효, 김광석

### 서론

본 연구에서는 polyvinyl alcohol (PVA) 폴리머를 이용한 용액 중합법 분말합성 방법에 의하여 장식 원료의 하나인 anorthite 분말을 합성하고, 이를 저온소성 하여 IC 패키징용 저온소성 기판재료로 응용하고자 한다. 장식계에 속하는 anorthite는 열팽창계수가 낮고, 유전상수도 알루미늄에 비하여 낮으며, 열에 대한 변형 저항성이 높고, 은 또는 구리 전도체와의 동시소성에서 뛰어난 적합성을 가지고 있어 IC 패키징용 저온소성 기판의 재료로 주목을 받고 있다. 일반적인 고상법으로 제조되었거나 자연 원료에 의해 얻어진 anorthite는 불순물의 영향으로 유전상수와 열팽창계수가 증가하게 되고, 소결온도 또한 1000 °C 이상이 되어서 순수한 anorthite 만의 저온소성 기판의 응용이 불가능한 상태다. 이러한 문제점을 해결하기 위해 PVA 폴리머를 용액내 양이온의 분산매체로 이용하여 안정한 precursor 세라믹 겔을 얻고, 이를 응용하여 저온소성 기판재료로서의 anorthite 분말을 합성하는데 본 연구의 목적이 있다. 최종적으로 고 반응성, 초미립의 비정질 anorthite 분말을 얻고, 동시에 저온 소결과 결정화 거동을 고찰하여 이를 저온소성 기판재료의 합성에 응용하고자 한다.

본 연구의 특징은 PVA의 뛰어난 금속 양이온 분산성과 낮은 탄지 온도, 그리고 안정하고 안정한 precursor로부터 얻어지는 비정질의 다공성인 하소 분말을 이용하는 데 있다. 밀링을 통하여 미세화 시킨 비정질 anorthite 분말은 1000 °C 미만의 저온에서 결정화와 치밀화가 동시에 실행되어질 수 있으며, 상대적으로 적은 양의 PVA에 의해서도 안정한 공정이 가능하므로 분말의 수율을 높일 수 있다는 장점이 있다. PVA의 종류와 혼합량, planetary 불밀링 조건 등이 실험의 공정변수이며, 합성된 분말의 특성분석과 결정화와 치밀화에 관한 연구 등을 행한다.

### 실험방법

화학 양론적인 anorthite ( $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) 조성에 따라 물에 용해성이 있는 양이온 재료로서 aluminum nitrate, calcium nitrate, 그리고 silica sol을 증류수에 용해시킨 후 5 wt%의 PVA 용액을 함께 혼합하고 이를 건조하고 하소하여 비정질의 anorthite 분말을 제조한다. planetary 불밀링 과정을 거쳐 미립화 한 분말은 열처리를 통해 결정화와 함께 치밀화 시킨다. 본 연구의 특징은 PVA의 낮은 탄지 온도와 비정질의 다공성인 하소 분말을 이용하는 데 있으며, 비정질의 다공성인 분말을 밀링을 통하여 미세화시켜 결정화와 소결을 낮은 온도에서 동시에 실행 할 수 있도록 공정을 제어하는데 있다. 이 같은 연구를 성공적으로 수행하기 위하여 PVA 종류와 그 혼합량에 대한 고찰, 하소 조건의 선택, 밀링조건의 선택, 합성된 분말의 특성 평가 (XRD 분석, 열분석 실험, 비표면적 측정, 전자현미경 관찰) 그리고 치밀화 거동 고찰 등에 초점을 맞추어 실험한다. 최종적으로 anorthite 소결체의 유전상수와 열팽창 거동 및 기계적 물성 등을 측정한다.

### 결과 및 고찰

사용된 실리카 졸의 종류와 PVA의 중합도에 의하여 결정화 거동에 영향을 미쳤으며, 일반적인 용액합성법과는 다르게 wollastonite 상이 아닌 omsteinbergite 상이 anorthite 결정 상 이전에 관찰되었다. Ludox SK (25% silica sol, pH 4-7, surface area: 230  $\text{m}^2/\text{g}$ )와 낮은 중합도 (degree of polymerization : 428 (monomers/polymer))를 갖는 PVA를 사용 시 1000 °C 미만에서 안정한 anorthite 상이 형성되었다. 850 °C에서 하소한 다공성의 비정질 분말은 planetary 불밀링을 통하여 약 0.4  $\mu\text{m}$ 의 미세한 분말로 분쇄되었고 약 22  $\text{m}^2/\text{g}$ 의 비표면적을

보였다. 밀링 공정 중, 분말에 가해진 용력에 의하여 결정화 온도가 낮아지는 결과를 초래 하였다. 일축가압 성형한 분말의 경우 약 800 °C에서 900 °C 사이에 급격한 수축을 보이며 소결이 시작되었고, 900 °C에서 상대밀도 94%의 치밀화를 보였다. 치밀화된 anorthite의 열팽창계수와 유전상수 (at 1MHz)의 값은 각각  $4.8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 와 7.5를 나타내었다.

#### 결론

PVA 용액 중합법에 의하여 합성된 anorthite는 1000 °C 미만에서 안정한 결정상을 보이고, 치밀화가 가능하였으며, 낮은 열팽창계수와 낮은 유전상수를 보이므로 저온소성 기판재료로서 그 응용이 기대된다.

#### 참고문헌

1. P. Praminik and A. Pathank, *Mater. Sci. Bull.* **17** (1994) 967.
2. M.P. Pechini, U.S. Patent No. 3 330 697 (1967).
3. M.A. Gulgun and W.M. Kriven, *Ceram. Trans.* **62** (1995) 57.
4. S.J. Lee, M.D. Biegalski and W.M. Kriven, *J. Mater. Res.* **14** (1999) 3001.13.
5. S.J. Lee, E.A. Benson and W.M. Kriven, *J. Am. Ceram. Soc.* **82** (1999) 2049.
6. R.A. Gdula, *Am. Ceram. Soc. Bull.* **50** (1971) 555.
7. A. Inoue, J. Fukuta, Y. Matano and Y. Matsumoto, *J. Ceram. Soc. Jpn.* **100** (1992) 208.
8. B.M.El-Khair, S.M. Mokhtar, A.Z. Dakroury and M.B. Osman, *J. Macromol. Sci. Phys.* **B33** (1994) 387.