

2.45 GHz 전자기파 조사하에서 Aluminum Borate Whisker의 성장 거동

김성완 · 이상근 · 김지경 · 이창희 · 안진모* · 신준식** · 박성수** · 박희찬[†]

부산대학교 무기재료공학과

*삼성전기 복합부품팀

**부경대학교 화학공학부

(2003년 8월 5일 접수; 2003년 9월 16일 승인)

Growth Behavior of Aluminum Borate Whisker under 2.45 GHz Electromagnetic Irradiation

Sung Wan Kim, Sang Geun Lee, Ji Kyong Kim, Chang Hee Lee, Jin Mo Ahn,*
Jun Shik Shin,** Seong Soo Park,** and Hee Chan Park[†]

Department of Inorganic Materials Engineering, Pusan National University, Pusan 609-735, Korea

*Multilayer Chip Device R & D Group, Samsung Elector-Mechanics Co., Ltd., Pusan 618-721, Korea

**Division of Chemical Engineering, Pukyong National University, Pusan 608-739, Korea

(Received August 5, 2003; Accepted September 16, 2003)

초 록

두 종류의 출발물질인 $Al_2(SO_4)_3+xNa_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ (몰비; $x=0.1, 0.7$)와 $\gamma-Al_2O_3+xNa_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ (몰비; $x=0.1, 0.7$) 혼합시료로부터 재래식 및 마이크로파 열처리를 행하여 휘스커형 $Al_{18}B_4O_{33}$ 입자들을 합성하였다. 휘스커형 $Al_{18}B_4O_{33}$ 입자들의 성장에 마이크로파, flux양 및 온도의 영향을 X-선 회절장치 및 주사형 전자현미경을 사용하여 조사하였다. 재래식 및 마이크로파 열처리된 두 종류의 혼합시료는 각각 온도 및 flux양이 증가할수록 휘스커형 $Al_{18}B_4O_{33}$ 입자의 크기가 증가하는 경향을 나타내었다. 한편, 재래식 열처리된 시료에 비하여 마이크로파 열처리된 시료에서 휘스커형 $Al_{18}B_4O_{33}$ 입자들이 잘 발달되었다.

ABSTRACT

With starting materials of two different powder mixtures, $Al_2(SO_4)_3+xNa_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ (mol ratio; $x=0.1, 0.7$) and $\gamma-Al_2O_3+xNa_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ (mol ratio; $x=0.1, 0.7$), whisker-type $Al_{18}B_4O_{33}$ particles were synthesized by using conventional and microwave heat-treatment. The effects of microwave, amount of flux and temperature on the growth of whisker-type $Al_{18}B_4O_{33}$ particles were investigated by using X-Ray Diffractometry (XRD) and Scanning Electron Microscopy (SEM). With increase of heat-treatment temperature and amount of flux, the size of whisker-type $Al_{18}B_4O_{33}$ particles increased in both conventional and microwave heat-treated samples. However, compared to the conventional heat-treated samples, whisker-type $Al_{18}B_4O_{33}$ particles were well grown for the microwave heat-treated samples.

Key words : Microwave, $Al_{18}B_4O_{33}$ whisker, Flux, Synthesis

1. 서 론

일반적으로 금속·세라믹 재료들의 강도 또는 인성과 같은 기계적 물성을 향상시키기 위하여 재료의 모상에 휘스커 및 섬유상 형태의 B_4C , Si_3N_4 , ZrO_2 , Al_2O_3 , AlN , SiC 등이 충전 보강제로 많이 사용되고 있다. 특히, 세라믹재료에서는 이들 충전 보강제중에서 SiC whisker가 널리 사용되고 있다. 그러나 SiC whisker는 공정 특성상 고

가일 뿐만 아니라, 고온에서 SiC 가 쉽게 산화되는 결점을 가지고 있다.¹⁾ Fig. 1에 주어진 $Al_2O_3-B_2O_3$ 의 이성분계 상도표를 보면,¹⁾ $Al_{18}B_4O_{33}$ 화합물은 융점이 약 $1950^\circ C$ 로서 고온 및 산화 분위기에서 비교적 안정한 화합물이라고 보고되어 왔다. 따라서, SiC 의 단점을 해결하기 위한 목적으로 $Al_{18}B_4O_{33}(9Al_2O_3 \cdot 2B_2O_3)$ 의 사용이 제안되었고, 이 화합물이 휘스커 형태일 경우에는 충전보강제의 효과를 제공할 수 있다고 보고되어 왔다.²⁾ 휘스커형 $Al_{18}B_4O_{33}$ 입자들은 주로 여러 종류의 flux를 이용하여 합성되고 있으며, 이들 합성물들의 특성에 관한 연구들도 활발히 진행되고 있다.^{2,3)} 한편, 마이크로파 열원을 이용한 $Al_{18}B_4O_{33}$ whisker의 합성에 대한 연구는 거의 전무한 상태이다.

[†]Corresponding author : Hee Chan Park

E-mail : hcpark2@hyowon.pusan.ac.kr

Tel : +82-51-510-2388 Fax : +82-51-512-0528

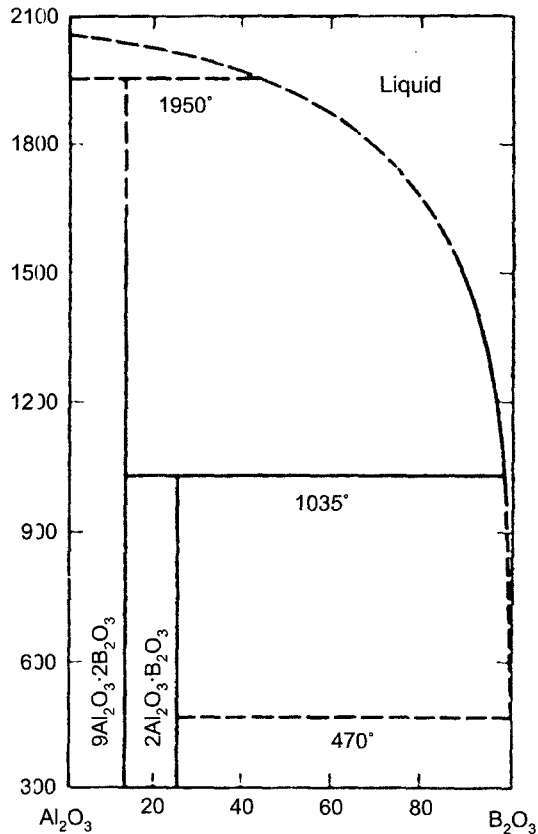


Fig 1. Phase diagram of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3$.

적외선에 비하여 긴 파장을 가진 마이크로파의 특성 때문에 마이크로파로 물질을 가열할 때, 부피가열, 급속가열, 선택적 가열 등의 특성이 나타난다. 이는 마이크로파가 재료 내부로 침투하여 분극화 손실 기구가 일어나서 재료 전체를 동시에 균일하게 급격히 가열시키기 때문이다.⁴⁾ 이러한 마이크로파 특성을 응용하려는 많은 연구들이 재료 건조, 재료 합성, 추출, 세라믹스의 소결과 접합, 폐기물 처리, 글라스 가열 등의 여러 분야에 활발히 진행되고 있다.⁵⁻⁷⁾ 특히, 마이크로파에 의한 세라믹 가열에 관한 연구에서는 물질간의 확산속도의 증가 또는 치밀화 활성화 에너지의 감소에 기인하여 상대적으로 낮은 온도와 짧은 시간에 세라믹을 하소 또는 소결시킬 수 있으며, 이의 결과로 인하여 향상된 물성과 균일하고 미세한 미세구조를 보유한 세라믹 재료들을 만들 수 있다고 보고된다.⁸⁾

따라서, 본 연구에서는 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ whisker의 합성에서, 이 합성물 생성에 미치는 마이크로파 열원의 영향을 조사 연구하였다. $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 와 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 분말에 일정한 몰비로 각각 flux $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 를 혼합하여 시료를 제조한 후 재래식 및 마이크로파 열원으로 다른 합성조건에서 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ whisker를 제조하고, 제조된 최종생성물로부터 입자 형상 및 크기 변화 등을 비교·조사하였다.

2. 실험방법

출발물질로 본 실험실에서 카올린으로부터 추출·합성한 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 14\text{-}18\text{H}_2\text{O}$ ⁹⁾(순도 98%)를 일반 전기로에서 약 300°C, 12시간동안 열처리하여 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 를 제조하였고, 제조된 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 로부터 약 900°C, 3시간동안 열처리하여 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 분말을 제조하였다. X-선 회절분석 결과, 제조된 분말들은 각각 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 와 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 상으로만 존재하는 것을 확인할 수 있었다. 제조된 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 및 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 분말들과 boron의 공급원 및 flux로 사용되는 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (Katayama Chemical Co., 99%)를 주어진 몰비(x)로 칭량하여 소량의 아세톤 용액 내에서 균일하게 혼합하여 혼합 시료들을 제조하였다. 약 5g의 혼합 시료를 취하여 알루미늄 도가니에 투입한 후, 알루미늄 덮개로 밀폐하였다. 밀폐된 알루미늄 도가니를 일반 전기로(SEF-101, Shin Saeng Instrument Co.)와 마이크로파 가열 장치(Hankuk Microwave Instrument Co., 주파수 2.45 GHz, 가변 최대 출력 3 kW)내에 각각 넣은 후, 약 20°C/min의 승온속도로 공기중 약 900°C, 1000°C 및 1100°C에서 약 1시간동안 열처리하고 실온으로 로냉시켰다. 냉각된 시료 내에 잔존하는 flux 성분을 제거하기 위해 시료를 1 N HCl 수용액 내에서 약 80°C, 4시간동안 방치한 후, 증류수로 여러 번 세척하였다 이 세척된 시료를 건조하여 최종 분말시료로 하였다. 시료들의 결정상 또는 상전이를 분석하기 위하여 X-선 회절 장치(RINT 2000, Rigaku Co., Japan)를 사용하였으며, 측정 조건은 Ni-filtered $\text{CuK}\alpha$, 30 kV-25 mA, 5°/min의 주사 속도로 하였다. 시료들의 입자 크기 및 형태는 SEM(JSM-5400, JEOL Co., Japan)을 이용하여 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. Flux 영향

휘스커형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 입자의 성장 거동에 출발 물질 Al_2O_3 공급원료의 종류, flux $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 양의 영향 및 마이크로파의 영향을 조사하기 위하여 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 + x\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ($x=0.1, 0.7$)의 혼합시료와 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 + x\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ($x=0.1, 0.7$) 혼합시료를 재래식 및 마이크로파 가열장치 내에서 1000°C에서 1시간동안 열처리하여 얻어진 최종 생성물들의 X-선 회절 및 SEM 분석을 행하였다.

$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 + x\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ($x=0.1, 0.7$) 혼합시료의 경우, Fig. 2에 주어진 $x=0.1$ 및 0.7의 조성을 가진 재래식 및 마이크로파 열처리된 시료들의 X-선 회절 패턴을 살펴보면, 모두 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 결정상으로만 존재하고, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 의 양이 증가할수록 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 결정상의 X-선 회절 강도가 높게 나타났다. Fig. 3에 주어진 $x=0.1$ 및 0.7의 조성을 가진 재래식 및 마이크로파 열처리된 시료들의 SEM

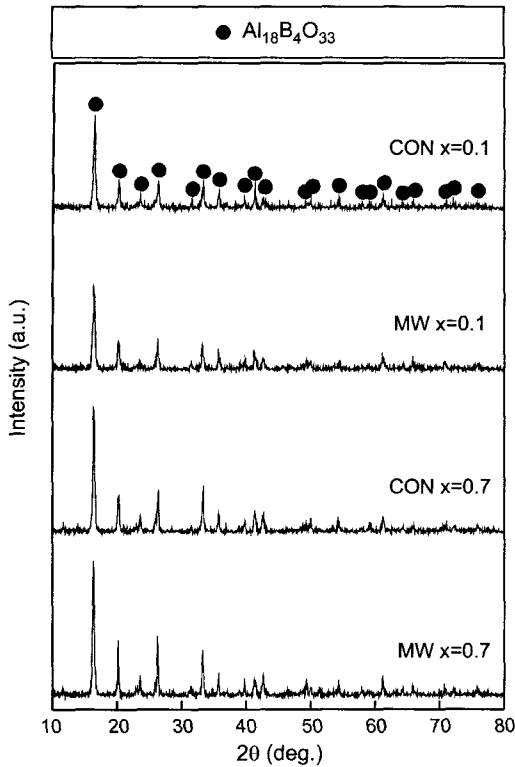


Fig. 2. XRD patterns of samples obtained at 1000°C for 1 h by conventional (CON) and microwave (MW) heating from a mixture of $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 + x\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. ($\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$: PDF No. 26-0008).¹¹⁾

사진을 살펴보면, $x=0.1$ 인 혼합시료에서는 휘스커형 입자로 성장되는 초기단계인 작은 원통형 입자들이 응집된 상태로 존재하지만, $x=0.7$ 에서는 작은 원통형 입자들이 잘 성장함에 따라 휘스커형 입자들로 존재하는 것을 볼 수 있다. 즉, 재래식 및 마이크로파 열처리된 혼합시료에서 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 의 양이 증가하면, 1000°C에서 액상으로 존재하는 양이 확대되고 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 의 분해 반응이 잘 일어나면서 이온들의 확산 속도가 증가하여 휘스커형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 입자들이 잘 성장된다고 사료된다.

$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 + x\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ($x=0.1, 0.7$) 혼합시료의 경우, Fig. 4에 주어진 $x=0.1$ 의 조성을 가진 재래식 및 마이크로파 열처리된 시료들의 X-선 회절 패턴을 살펴보면, 모두 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 의 미세 흔적이 있는 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 와 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정상으로 존재하고, 재래식에 비해 마이크로파 열처리된 시료에서 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 결정상의 X-선 회절 피크가 상대적으로 높게 나타났다. $x=0.7$ 의 조성을 가진 재래식 및 마이크로파 열처리된 시료들의 X-선 회절 패턴을 살펴보면, 재래식 열처리된 시료에서는 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 의 미세 흔적이 있는 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 와 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정상으로 존재하고, 마이크로파 열처리된 시료에서는 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 와 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정상만이 존재하였다. 또한, 재래식에 비하여 마이크로파 열처리된 시료에서 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 결정상의 X-선 회절 강도가 상대적으로 높게 나타났다. Fig. 5에 주어진 $x=0.1$ 및 0.7의 조성을 가진 시료들의 SEM 사진을 살펴보면, $x=0.1$ 인 혼

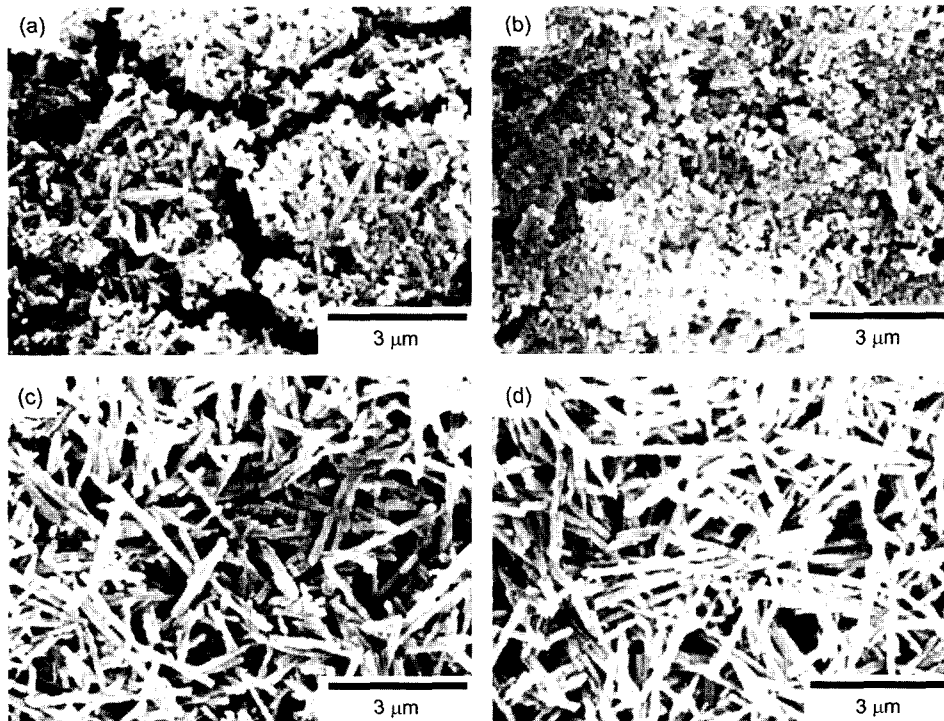


Fig. 3. SEM micrographs of samples obtained at 1000°C for 1 h by conventional (CON) and microwave (MW) heating from a mixture of $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 + x\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. ((a) CON, $x=0.1$, (b) MW, $x=0.1$, (c) CON, $x=0.7$, and (d) MW, $x=0.7$).

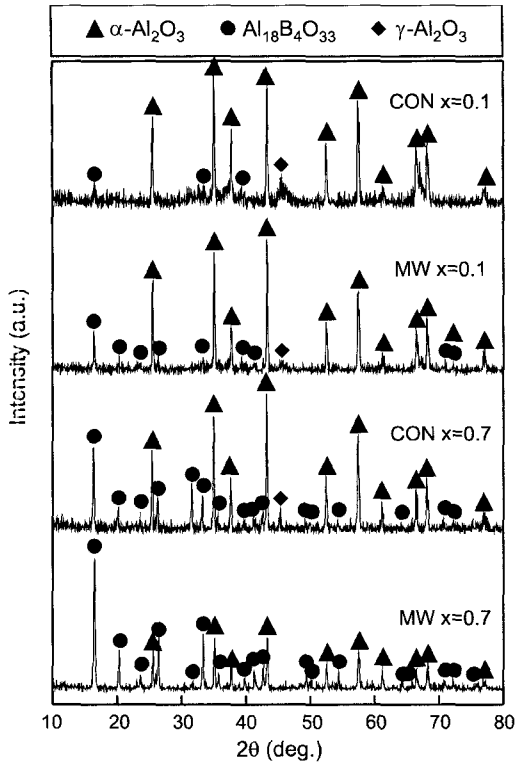


Fig. 4. XRD patterns of samples obtained at 1000°C for 1h by conventional (CON) and microwave (MW) heating from a mixture of $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3+x\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. ($\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$: PDF No. 26-0008, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$: PDF No. 46-1212, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$: PDF No. 29-1486).¹¹⁾

합시료에서 재래식 열처리한 시료에서는 난알형 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 와 원통형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 입자들이 혼재하며, 마이크로파 열처리된 시료에서는 난알형 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, 원통형 및 휘스커형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 입자들이 혼재하고 있음을 볼 수 있다. 즉, $x=0.1$ 에 비하여 $x=0.7$ 인 혼합시료에서 재래식 및 마이크로파 열처리한 시료에서는 모두 난알형 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 와 휘스커형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 입자들이 혼재하는 가운데 휘스커형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 입자들이 잘 발달된 것을 알 수 있다.

상기의 결과에서 재래식 열처리된 시료인 경우에는 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정상이 존재하지만, 마이크로파 시료에서 $x=0.1$ 인 경우에는 약간의 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정상이 존재하고, $x=0.7$ 인 경우에는 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정상이 존재하지 않는다. 이는 $x=0.7$ 인 경우에 비하여 $x=0.1$ 인 경우에 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 의 용융에 의해 생성된 액상의 양이 상대적으로 적기 때문에 존재하는 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 를 완전히 포위하지 못하여 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 의 반응성이 상대적으로 떨어져서 $\gamma \rightarrow \alpha$ 상전이가 지연되고, 마이크로파의 향상된 확산 속도는 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 의 반응성이 상대적으로 향상시켜서 $\gamma \rightarrow \alpha$ 상전이를 촉진하는 것으로 사료된다. 출발 물질로서 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 을 사용한 것에 비하여 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 를 사용하면 휘스커형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 입자들이 상대적으로 잘 성장되는 것을 알 수 있다. 이는 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 가 1000°C 이하의 낮은 온도에서 잘 분해되기 시작하면서 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 와 반응이 잘 되기 때문이라고 사료된다. 또한, 재래식에 비하여 마이크로파 열처리된 시료에서 휘스커형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 입자들이 상대적으로 잘 성장되는 것을 알

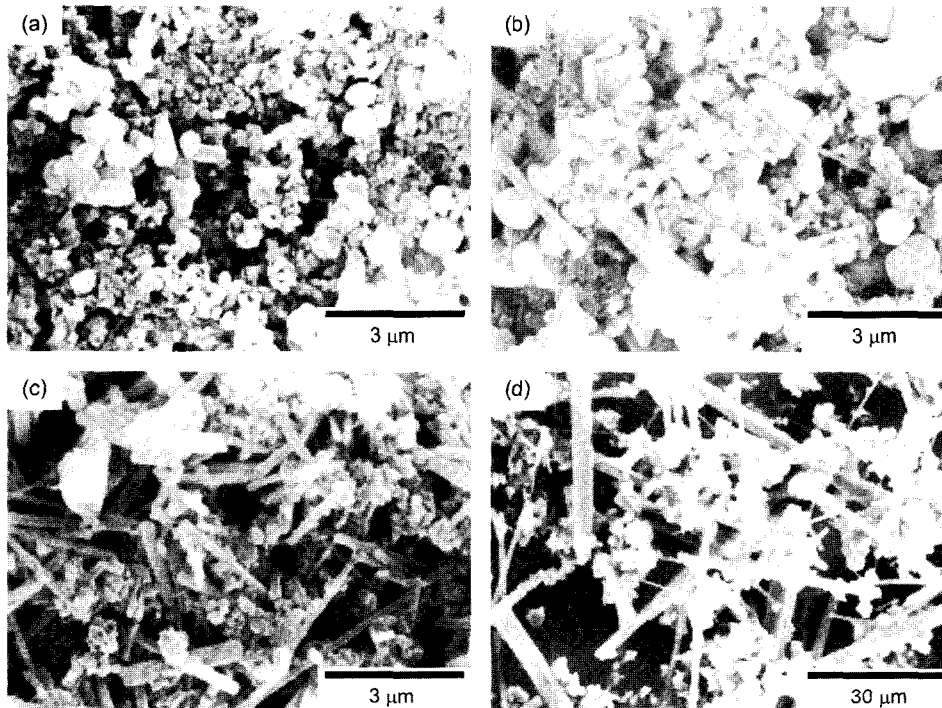


Fig. 5. SEM micrographs of samples obtained at 1000°C for 1h by conventional (CON) and microwave (MW) heating from a mixture of $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3+x\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. ((a) CON, $x=0.1$, (b) MW, $x=0.1$, (c) CON, $x=0.7$, and (d) MW, $x=0.7$).

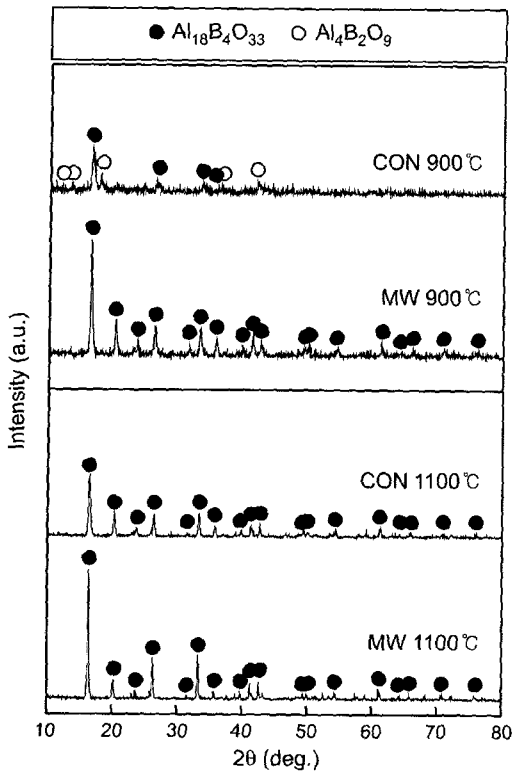


Fig. 6. XRD patterns of samples obtained at 900°C and 1100°C for 1 h by conventional (CON) and microwave (MW) heating from a mixture of $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3+x\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. ($\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$: PDF No. 26-0008, $\text{Al}_4\text{B}_2\text{O}_9$: PDF No. 29-0010).¹¹⁾

수 있다. 이는 마이크로파하에서 이온들의 향상된 확산 속도로 인하여 결정화에 필요한 활성화 에너지가 낮아지는 마이크로파의 비열적 효과 또는 미세 크기의 국부 과열(localized superheating) 효과에 기인된다고 사료된다.^{4,10)}

3.2. 온도 영향

$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3+x\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ($x=0.1, 0.7$)와 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3+x\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ($x=0.1, 0.7$)의 혼합시료에서 $x=0.7$ 인 조건에서 휘스커형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 결정상이 가장 잘 성장하였다. 따라서, $x=0.7$ 인 조건에서 마이크로파의 영향 및 열처리 온도의 변화에 따른 휘스커형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 입자들의 성장 거동을 비교·조사하기 위하여 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3+0.7\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 및 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3+0.7\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 혼합시료들을 각각 900°C와 1100°C에서 1시간동안 재래식 및 마이크로파 열처리하여 최종생성물의 X-선 회절 및 SEM 분석을 행하였다.

$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3+0.7\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 혼합시료의 경우, Fig. 6에 주어진 시료들의 X-선 회절 패턴을 살펴보면, 900°C에서 재래식 열처리된 시료에서만 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 와 $\text{Al}_4\text{B}_2\text{O}_9$ 결정상이 공존하고, 나머지 시료들에서는 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 결정상만이 존재하였다. Fig. 7에 주어진 SEM 사진을 살펴보면, 900°C에서는 재래식에 비하여 마이크로파 열처리된 시료에서 휘스커형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 입자들이 잘 성장되었음을 알 수 있고, 또한, 1100°C에서도 재래식에 비하여 마이크로파 열처리된 시료에서 휘스커형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 입자들이 상

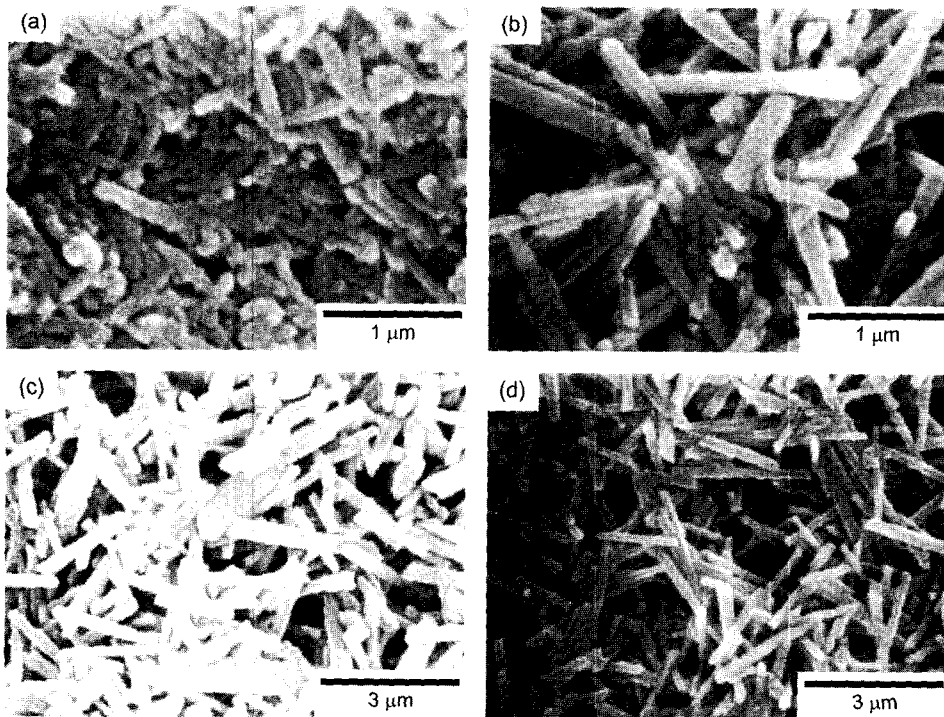


Fig. 7. SEM micrographs of samples obtained from a mixture $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3+0.7\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ by conventional heating at (a) 900°C and (c) 1100°C for 1 h and by microwave heating at (b) 900°C and (d) 1100°C for 1 h.

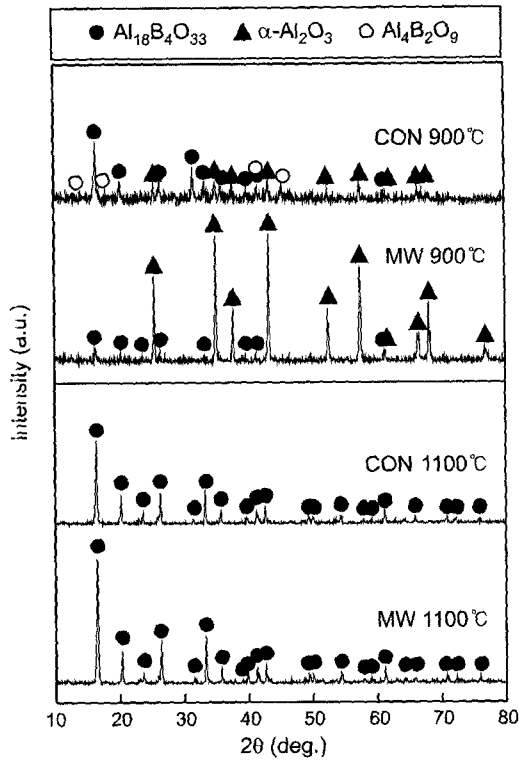


Fig. 8. XRD patterns of samples obtained at 900°C and 1100°C for 1 h by conventional (CON) and microwave (MW) heating from a mixture of $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3+0.7\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. ($\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$: PDF No. 26-0008, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$: PDF No. 46-1212, $\text{Al}_2\text{B}_2\text{O}_9$: PDF No. 29-0010).¹¹⁾

대적으로 균일하게 잘 성장되었음을 볼 수 있다.

이는 재래식 열처리된 시료에서는 $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{B}_2\text{O}_3$ 계 상태도에 표기된 바와 같이, 900°C에서 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 과 $\text{Al}_4\text{B}_2\text{O}_9$ 결정상의 공존하므로 휘스커형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 결정상이 잘 성장할 수 없지만, 마이크로파 열처리된 시료에서는 마이크로파의 비열적 효과인 낮은 결정화 활성화 에너지 또는 미세 크기의 국부과열효과에 기인하여 900°C에서 휘스커형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 입자가 잘 성장하였다고 사료된다.^{4,10)} 또한, 1100°C에서 재래식에 비하여 마이크로파 열처리된 시료에서 휘스커형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 입자들이 상대적으로 균일하게 잘 성장된 것은 마이크로파의 비열적 효과인 부피 가열 및 향상된 확산 효과에 기인된다고 사료된다.

$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3+0.7\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 혼합시료의 경우, Fig. 8에 주어진 시료들의 X선 회절 패턴을 살펴보면, 900°C에서 재래식 열처리된 시료에서는 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$, $\text{Al}_4\text{B}_2\text{O}_9$ 및 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정상이 공존하고, 마이크로파 열처리된 시료에서는 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 및 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정상이 공존하지만, 재래식에 비하여 마이크로파 열처리된 시료에서 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정상의 X선 회절 피크가 상대적으로 높게 나타났다. 한편, 1100°C에서 재래식 및 마이크로파 열처리된 시료에서는 모두 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 결정상만이 존재하였다. Fig. 9에 주어진 시료들의 SEM 사진을 살펴보면, 900°C에서 재래식 및 마이크로파 열처리된 시료에서는 휘스커형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ 입자 및 난알형 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 의 응집된 입자가 공존하며, 1100°C에서 재래식 및 마이크로파 열처리된 시료에서는 휘스커형 $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$

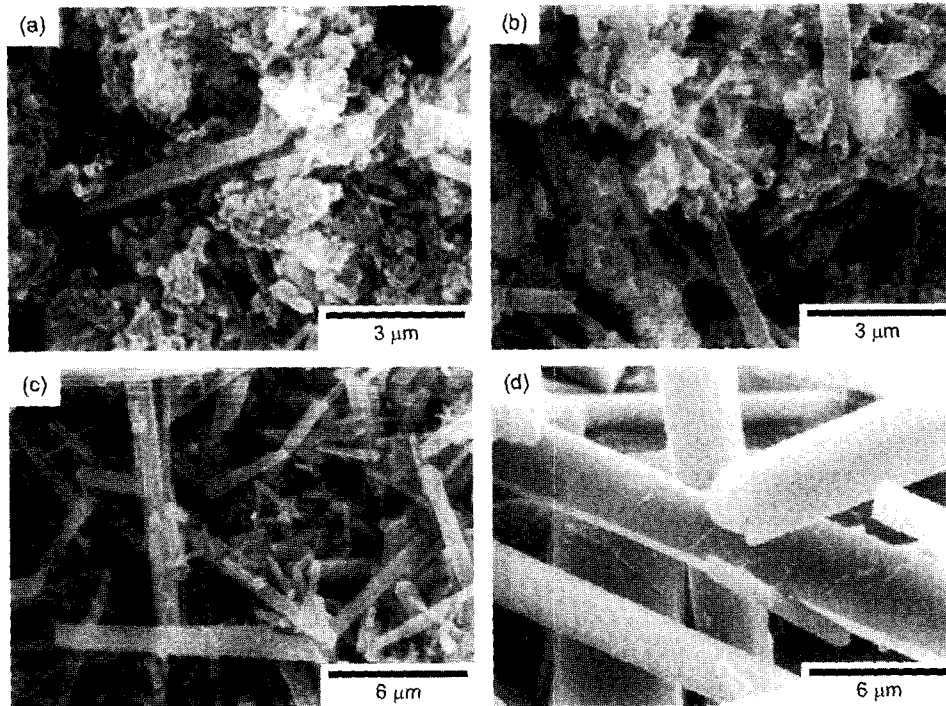


Fig. 9. SEM micrographs of samples obtained from a mixture $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3+0.7\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ by conventional heating at (a) 900°C and (c) 1100°C for 1 h and by microwave heating at (b) 900°C and (d) 1100°C for 1 h.

입자들이 잘 성장하였음을 알 수 있다. 900°C에서 재래식 및 마이크로파 열처리된 시료에서 $Al_{18}B_4O_{33}$, $Al_4B_2O_9$ 및 $\alpha-Al_2O_3$ 결정상이 공존하는 이유는 약 500°C 부근에서 $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ 의 용융에 기인하여 900°C, 1시간의 조건에도 불구하고 $\gamma \rightarrow \alpha$ 상전이가 용이하게 일어나기 때문이라고 사료된다. 또한, 재래식에 비해 마이크로파 열처리된 시료에서 $\alpha-Al_2O_3$ 결정상의 X-선 회절 피크가 상대적으로 높은 이유는 마이크로파의 비열적 효과에 기인되었다고 사료된다.^{4,10)} 한편, $\gamma-Al_2O_3+0.7Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ 혼합시료에 비하여 $Al_2(SO_4)_3+0.7Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ 혼합시료에서 생성된 휘스커형 $Al_{18}B_4O_{33}$ 입자들의 크기는 상대적으로 작지만 균일하게 성장하는 것을 확인할 수 있다.

4. 결 론

본 연구에서는 $Al_2(SO_4)_3$ 및 $\gamma-Al_2O_3$ 출발물질에 $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ 를 flux로 혼합하여 재래식 및 마이크로파 가열장치를 이용, 각 온도에서 1시간동안 가열하여 휘스커형 $Al_{18}B_4O_{33}$ 입자를 제조하고, 최종 생성물들의 결정화 거동 및 미세구조의 변화를 관찰하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. $Al_2(SO_4)_3+xNa_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ 혼합시료의 경우, 1000°C의 재래식 및 마이크로파 열처리된 시료는 $x=0.1$ 에서 휘스커형 입자로 성장되는 초기단계인 작은 원통형 $Al_{18}B_4O_{33}$ 입자들이 응집된 상태로 존재하지만, $x=0.7$ 에서 작은 원통형 입자들이 잘 성장함에 따라 휘스커형 $Al_{18}B_4O_{33}$ 입자들로 존재하였다. 또한, 1100°C에서 $x=0.7$ 인 경우, 마이크로파 열처리된 시료는 재래식 가열시료에 비하여 휘스커가 크고 균질하였다.

2. $\gamma-Al_2O_3+xNa_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ 혼합시료의 경우, $x=0.7$, 1100°C에서 마이크로파 열처리된 시료의 휘스커형 $Al_{18}B_4O_{33}$ 의 입자 크기는 재래식에 비하여 상대적으로 매우 컸다.

3. 1100°C에서 $\gamma-Al_2O_3+0.7Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ 혼합시료와 $Al_2(SO_4)_3+0.7Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ 혼합시료의 마이크로파 열처리된 시료에서, $Al_2(SO_4)_3+0.7Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ 시료로부터 생성된 휘스커형 $Al_{18}B_4O_{33}$ 입자들은 $\gamma-Al_2O_3+0.7Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ 시료로부터 생성된 휘스커형 입자에 비하여 상대적으로 입자 크기가 작지만, 입도 분포는 균일하게 성장하였다.

감사의 글

본 연구는 한국과학재단 목적기초연구 과제번호 R01-2000-000-00225-0 지원으로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. M. J. Readey, "Formation and Sintering Characteristics of Aluminum Borate Whiskers," *J. Am. Ceram. Soc.*, **75** [12] 3452-56 (1992).
2. H. Wada, K. Sakane, and T. Kitamura, "The Reaction Sequence in the Synthesis of Aluminium Borate Whiskers," *J. Mater. Sci.*, **31** [2] 537-44 (1996).
3. S. P. Ray, "Preparation and Characterization of Aluminum Borate," *J. Am. Ceram. Soc.*, **75** [9] 2605-09 (1992).
4. W. H. Sutton, "Microwave Processing of Ceramic Materials," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **68** [2] 376-86 (1989).
5. S. E. Lee, B. W. Kim, S. S. Park, and H. C. Park, "The Study for the Characteristics of Microwave Coupled V_2O_5 -PbO-TeO₂ Glass System," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **38** [5] 438-45 (2001).
6. S. S. Park, K. S. Jung, B. W. Kim, S. E. Lee, and H. C. Park, "The Synthesis and Characterization of Beta Alumina Powder by Microwave Extraction and Calcination Method," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **38** [8] 749-54 (2001).
7. S. S. Park, E. H. Hwang, B. C. Kim, and H. C. Park, "Synthesis of Hydrated Aluminum Sulfate from Kaolin by Microwave Extraction," *J. Am. Ceram. Soc.*, **83** [6] 1341-45 (2000).
8. H. K. Kang, K. H. Kim, and H. C. Park, "Preparation of Fe-free Alumina Powder from Kaolin," *J. Mater. Sci. Lett.*, **14** [6] 4225-27 (1995).
9. H. C. Park, J. H. Park, B. W. Kim, S. E. Lee, J. H. Kim, and S. S. Park, "A Study for the Synthesis and Characterization of γ -alumina Powder by Ultrasonic Irradiation," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **38** [10] 921-27 (2001).
10. S. S. Park, J. H. Kim, S. W. Kim, S. H. Lee, J. H. Park, and H. C. Park, "Microwave Synthesis of Alpha Alumina Platelets Using Flux Method," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **39** [5] 473-78 (2002).
11. JCPDS-International Centre for Diffraction Data 1996.