

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁵
C04B 35/10
C01F 7/02

(45) 공고일자 1990년01월 18일
(11) 공고번호 특 1990-0000037

(21) 출원번호	특 1987-0014235	(65) 공개번호	특 1989-0009803
(22) 출원일자	1987년 12월 24일	(43) 공개일자	1989년 08월 04일
(71) 출원인	쌍용양회공업 주식회사 김채겸 서울특별시 중구 저동 2가 24-1		

(72) 발명자 김진국
충청남도 대전시 동구 신정동5-1
김기수
경기도 과천시 부림동 과천아파트 904-402

(74) 대리인 김윤배

심사관 : 최익하 (책자공보 제1721호)

(54) 저소다 알루미늄분말의 제조방법과 이로부터 제조된 소결체

요약

내용 없음.

명세서

[발명의 명칭]

저소다 알루미늄분말의 제조방법과 이로부터 제조된 소결체

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 저소다 알루미늄 분말의 제조방법과 이로부터 제조된 소결체에 관한 것으로, 특히, 전기 절연성이 우수하고 고순도의 치밀성을 갖는 저소다 알루미늄 분말의 제조방법과 이로부터 제조된 소결체에 관한 것이다. 최근 전자부품에 전기 절연성, 내열성, 내마모성이 우수한 재료인 알루미늄질 재료가 많이 이용되고 있지만, 알루미늄질 재료의 원료인 알루미늄 분말에 함유되어 있는 소다(Na_2O)는 도전성 알루미늄인 $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3(\text{Na}_2\text{O}, 11\text{Al}_2\text{O}_3)$ 를 형성하여 전자부품에서 요구되고 있는 특성인 전기절연성이나 내열성을 저하시키기 때문에, 전자요업 부품에 이용되는 알루미늄은 가능한한 소다의 함량을 감소시켜야만 했다.

그러나, 현재 산업적으로 값싸게 대량생산이 가능한 바이어법으로 제조된 알루미늄은 제조과정상 불가피하게 0.4~1.0% 정도의 소다를 함유하게 되므로, 이 알루미늄은 제조된 그대로 전자요업 부품에 사용될 수 밖에 없는 실정이었다. 따라서, 알루미늄중에 함유되어 있는 소다를 제거시키는 여러가지 방법이 제안되었는 바, 이를 크게 구분하면 첫째로는 원료분말 제조시 소다의 함량을 감소시키는 방법이 있고, 둘째로는 제품의 소결과정에서 소다를 제거하는 방법이 있다.

즉, 상기 첫째 방법으로는 (1) 알루미늄 또는 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 을 열처리하거나 오오토클레이브(Auto Clave) 처리한 후 물로 세척하여 소다를 제거시키는 방법(일본특개 소 55-140719호, 미국특허 제 2,774,774호, 미국특허 제 3,628,914호, 미국특허 제 3,092,452호, 영국특허 제 2,108,949호)이 있고, (2) 알루미늄을 염산등의 강산에 침전시켜 수용액중에 소다를 용출시킨 후 여과 및 물세척에 의해 소다를 제거시키는 방법이 있으며, (3) 수산화 알루미늄 하소시 소다의 휘발조제를 첨가시키는 방법(일본특개 소 52-53907호, 일본특개 소 60-131825호, 독일특허 제 1,952,105호, 영국특허 제 2,108,949호)이 있고, (4) 수산화 알루미늄 또는 알루미늄 하소시 실리카물질의 첨가로 소다를 흡착, 분리, 제거시키는 방법(일본특개 소 52-16398호, 일본특개 소 56-149319호, 일본특개 소 60-131825호, 미국특허 제 3,106,452호)등이 있다. 이와 같은 방법들을 이용하여 소다의 함량을 감소시킬 수는 있으나, 상기 (1)(2)방법의 경우에는 소다의 제거효과가 미비하여 비경제적이고 (3)의 방법의 경우에는 알루미늄 결정이 크게 성장되어 분말의 피분쇄성 및 소결특성이 저하되게 된다 또한, (4)의 방법을 이용할 경우에는 소다의 제거 효과는 우수하지만, 알루미늄 분말중 SiO_2 성분의 함량이 증가되어 알루미늄의 순도가 저하되게 되므로 전체적인 제반 특성이 나빠지게 된다. 또한, 두번째 방법은 환원 분위기하에서 소결시킴으로써 소다의 함량을 줄이고, 소결체를 치밀하게 하는 것으로, 이 방법은 주로 용융알루미늄의 제조에 많이 이용되고 있다 (일본특공 소 59-73433호, 미국특허 제 4,111,668호).

그러나, 이러한 환원 분위기하에서 소결시킬 때에는 환원 분위기에서 유도되는 산소의 공공이나 Al

의 격자간 결함이 Na^+ 의 이동성을 증가시켜주므로 소결온도에서 쉽게 휘산할 수 있는 조건을 만들어 줄 뿐만아니라, 이러한 결함들은 소결조제인 MgO , CaO 등의 첨가시 고용체형성에 의해 생긴 결함처럼 기공제거를 촉진시켜 소결성을 향상시켜준다. 그러나, 이 방법은 1500°C 이상의 고온에서 처리되어야 하기 때문에 내화물의 부식이 크고, 결함 및 양을 조절하기가 힘들며, 소결체에 결함 및 불순물이 잔존하므로 전기저항 및 내열성 등에 나쁜 영향을 미치게 된다.

그리고, 일반적으로 소결시 치밀한 조직을 얻기 위해서는 반드시 MgO 등의 소결조제를 일정량 사용해야 하는데 이 경우에도 고용체 메카니즘에 의하여, 환원 분위기에서와 마찬가지로 Al^{+3} 의 원자간 결함이나 산소 이온의 공공을 형성하여 확산속도는 향상되지만 이 결함이 전하운반체로 작용하여 전기절연성이 나빠지게 된다. 따라서 본 발명은 상술한 바와 같은 종래의 결점을 해결하기 위한 것으로서, 알루미늄나분말 제조시 AlN 분말을 알루미늄나에 첨가시켜서 분말내부에 산소이온의 공공 또는 알루미늄나이온의 격자간 결함이 다량으로 존재하는 저소다 알루미늄나 분말을 제조하는 방법과 이로부터 제조되는 치밀성, 전기절연성 및 내열성이 우수한 소결체를 제공하는데 그 목적이 있다.

이하, 본 발명을 상세히 설명하면 다음과 같다. 본 발명은 저소다 알루미늄나분말을 제조하는데 있어서, 수산화 알루미늄 또는 알루미늄나에 AlN 분말을 0.1~3% 첨가하고, $800^\circ\text{C} \sim 1400^\circ\text{C}$ 에서 약산화분위기, 중성분위기 또는 환원 분위기로 하소하여 비화학양론적인 산소부족형 알루미늄 산화물을 만들어 분말 내부에 산소이온의 공공 또는 알루미늄 이온의 격자간 결함이 다량으로 존재되도록 하는 것을 특징으로 하는 저소다 알루미늄나 분말의 제조방법인 것이다.

또한 본 발명은 저소다 알루미늄나 분말을 사용하여 소결체를 제조함에 있어서, 수산화알루미늄 또는 알루미늄나에 AlN 분말을 0.1~3%정도 첨가시키고, 이를 $800 \sim 1400^\circ\text{C}$ 의 온도에서 약산화분위기, 중성 분위기 또는 환원 분위기로 하소시켜서 비화학양론적인 산소부족형 알루미늄 산화물을 만들어 주어, 그 분말 내부에 산소이온의 공공 또는 알루미늄 이온의 격자간 원자결함이 다량으로 존재되도록 하고, 그 알루미늄나 분말을 소결처리시켜서 된 것임을 특징으로 하는 소결체인 것이다.

이와 같은 본 발명을 더욱 상세히 설명하면 다음과 같다. 본 발명은 수산화알루미늄이나 알루미늄나분말에 AlN 분말을 첨가시켜 중성 또는 환원분위기하에서, 분말 내부에 산소이온의 공공 또는 알루미늄 이온의 격자간 결함이 다량으로 존재하는 비화학양론적인 산소부족형 알루미늄 산화물분말을 제조하는 것으로, 본 발명에 따른 분말을 사용하면 소결조제에 의한 불순물이나 제조과정 중에서 혼입되는 불순물을 최소로 줄일 수 있고, 소결과정의 초기에 그 내부에 존재하는 결함이 제거되고, 전기 저항도 우수한 고순도의 치밀한 소결체가 얻어지게 된다. 특히, 저소다화를 촉진시키고, 전기절연 특성을 우수하게 하기 위해 첨가되는 AlN 분말의 첨가비가 0.1%이하일 경우에는 그 효과가 미비할 뿐만 아니라, 저소다 분말의 치밀체를 얻을 수 없으며, 3% 이상 첨가시에는 결함으로 생성되었던 것이 소결시 없어지면서 치밀화될때 소결체안에 그대로 잔존하기 때문에 전기절연성, 내열성 및 치밀성 등에 나쁜 영향을 미치게 되므로 좋지 않다. 이 첨가제의 가장 바람직한 첨가량은 0.5~1.5%이다.

상술한 바와 같이, 본 발명에 따른 알루미늄나분말은 소결에 필요한 만큼의 결함량을 AlN 의 양 및 분위기에 따라 미리 적절하게 조절할 수 있을 뿐만아니라, 제품 소결시 측정이 용이한 산소 분압을 조절하여 결함소멸 속도를 제어할 수 있다는 장점이 있다. 그리고 본 발명에 의해 제조된 분말은 고기능성 복합재료의 매트릭스물질로 사용될 경우, 첨가제를 사용하지 않아도 내부결함에 의해서 보강재와의 결합력이 양호한 특성도 가지고 있다. 이와 같은 본 방법을 실시예에 의거하여 더욱 상세히 설명하면 다음과 같다.

[실시예]

바이어법으로 제조한 시중에 유통되고 있는 보통 알루미늄나를 출발원료로 하였으며 이의 화학조성은 표 1과 같다.

[표 1]

구 분	화 학 조 성 (중량%)					평 균 입 도(μ)
	Al_2O_3	SiO_2	Fe_2O_3	Na_2O	MgO	
보통 알루미늄나	99.5	0.02	0.02	0.4	0.01	4.0
본 발명	99.8	0.02	0.02	0.05	0.01	0.4
비교예	99.8	0.04	0.02	0.07	0.10	0.4

이 출발원료에 AlN 분말을 1중량% 를 혼합하고, 900°C 의 진공로에서 2시간 동안 예비 하소시킨 후, 다시 분쇄하여 1300°C 의 N_2 분위기에서 2시간동안 하소한 후, Ball Mill을 사용하여 평균입도가 0.1 μ 되도록 미분쇄하여 저소다 알루미늄나분말을 제조한다.

이렇게 제조된 저소다 알루미늄나 분말과 현재 수입 유통되고 있는 같은 입도의 저소다 알루미늄나분말의 화학조성을 상기 표 1에 나타내었다. 이들 특성을 비교하기 위해 1600°C 에서 3시간동안 소결시킨 후 얻은 알루미늄나 소결체의 특성을 표 2에 나타내었다.

이 결과 본 발명에 의해 제조된 알루미늄나 소결체의 특성이 아주 우수함을 알 수 있다.

[표 2]

알루미나 분말을 이용한 소결체 특성

구 분	화 학 조 성(중량%)					소결밀도 (g/cm ³)	전기저항성 ($\Omega \cdot \text{cm}$)
	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	MgO		
본 발명	99.9	0.02	0.02	0.03	0.01	3.97	10 ¹⁵
비교예	99.8	0.04	0.02	0.07	0.10	3.96	10 ¹³

(57) 청구의 범위

청구항 1

저소다 알루미나 분말을 제조하는데 있어서, 수산화알루미늄 또는 알루미나에 AlN분말을 0.1~3% 첨가하고, 이를 800~1400℃의 온도에서 약산화분위기, 중성분위기 또는 환원 분위기로 하소하여 비화학양론적인 산소 부족형 알루미늄 산화물을 만들어 주어, 그 분말 내부에 산소이온의 공공 또는 알루미늄 이온의 격자간 결함이 다량으로 존재되도록 하는 것을 특징으로 하는 저소다 알루미나 분말의 제조방법.

청구항 2

저소다 알루미나 분말을 사용하여 소결체를 제조함에 있어서, 수산화알루미늄 또는 알루미나에 AlN 분말을 0.1~3%정도 첨가하고, 이를 800~1400℃의 온도에서 약산화분위기, 중성분위기 또는 환원분위기로 하소시켜서 비화학양론적인 산소부족형 알루미늄 산화물을 만들어 주어, 그 분말내부에 산소이온 공공 또는 알루미늄이온의 격자간 원자결함이 다량으로 존재되도록 하고, 그 알루미나 분말을 소결처리시켜서 된 것임을 특징으로하는 소결체.