



ESTUDO DA SINTERIZAÇÃO DE NITRETO DE ALUMÍNIO POR DILATOMETRIA

A.L. Molisani ^{1,2}; H.N. Yoshimura ¹; A.H.A. Bressiani ³, H. Goldenstein ²

Av. Prof. Almeida Prado, 532, São Paulo, SP, 05508-901, amolisani@gmail.com

¹ Laboratório de Metalurgia e Materiais Cerâmicos – IPT

² Dpto. Engenharia Metalúrgica e de Materiais – EPUSP

³ Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais – IPEN

RESUMO

A cerâmica de nitreto de alumínio (AlN) apresenta elevada condutividade térmica, sendo usada como substrato e/ou material de encapsulamento para dispositivos eletrônicos com elevada dissipação de calor. Os estudos sobre o AlN são relacionados com a otimização de sua condutividade térmica, enquanto não tem sido dada atenção necessária aos mecanismos de sinterização. Assim, o comportamento de densificação do AlN com adições individuais de Y₂O₃ e CaO (4% em peso) foi estudado por dilatometria a 1850°C. AlN-Y₂O₃ e AlN-CaO apresentaram temperaturas de início de retração ao redor de 1200 e 1350°C, respectivamente. A temperatura do pico de máxima retração foi ao redor de 1730°C para o AlN com Y₂O₃ e CaO. Porém, a amostra com Y₂O₃ apresentou temperatura final de retração ao redor de 1800°C, enquanto a amostra com CaO continuou retraindo durante o tratamento isotérmico a 1850°C.

Palavras-chave: AlN, Y₂O₃, CaO, Dilatometria, Sinterização.

INTRODUÇÃO

A cerâmica de nitreto de alumínio (AlN) pode apresentar elevada condutividade térmica, além de elevada resistência à ruptura dielétrica, baixa perda de energia em alta frequência, elevada resistividade elétrica e coeficiente de expansão térmica próximo ao do silício⁽¹⁾. Este conjunto de propriedades faz com que o AlN seja considerado um excelente candidato a substituir a alumina (Al₂O₃) e a berília (BeO) na fabricação de substratos e materiais de encapsulamento para circuitos



integrados⁽²⁾. O AlN apresenta baixa sinterabilidade devido à natureza covalente de suas ligações químicas⁽³⁾, sendo obtidos corpos com densidade ao redor de 97% da teórica por sinterização sem pressão acima de 1900°C⁽⁴⁾.

O pó de AlN apresenta uma fina camada de hidróxido ou óxido de alumínio, que é formada pela exposição do pó ao meio ambiente⁽⁵⁾. Sakai e Iwata⁽⁶⁾ mostraram que o aumento do teor de oxigênio presente na superfície do pó de AlN favorece a sua densificação porque aumenta o seu coeficiente de autodifusão. No entanto, Slack *et al.*⁽⁷⁾ mostraram que a entrada de oxigênio em solução sólida na rede cristalina do AlN reduz drasticamente a sua condutividade térmica. Estes autores mostraram que a condutividade térmica do monocristal de AlN com baixo teor de oxigênio é ao redor de 320 W/mK, enquanto a da cerâmica de AlN sem aditivo produzida por sinterização sem pressão ou por prensagem à quente é ao redor de 80 W/mK^(2,8). Apesar dos resultados indicarem que o aumento do teor de oxigênio favorece a densificação do AlN, o processamento cerâmico deve ser feito de forma criteriosa para minimizar a contaminação com oxigênio, visando a obtenção de cerâmicas com elevada condutividade térmica.

Komeya *et al.*⁽⁹⁾ sinterizaram AlN com adição de óxidos de alcalinos terrosos e de terras raras e observaram que a densificação ocorreu em temperaturas mais baixas do que a do AlN sem aditivo. Estes autores concluíram que a densificação do AlN com estes aditivos ocorreu por sinterização via fase líquida. A formação de fase líquida se deu pela fusão das fases de aluminato, que foram formadas pela reação entre o aditivo óxido e a camada de Al₂O₃ presente na superfície do pó de AlN⁽¹⁰⁾. Kuramoto *et al.*⁽¹⁰⁾ indicaram que os aditivos óxidos são usados para abaixar a temperatura de sinterização e capturar o oxigênio presente na superfície do pó de AlN, evitando que este entre em solução sólida na rede cristalina do AlN.

A fabricação do AlN com elevada condutividade térmica está estabelecida, sendo os principais aditivos usados o Y₂O₃, seguido de CaO e a mistura de ambos. Em geral, as cerâmicas de AlN com estes aditivos apresentam condutividade térmica variando de 140 a 200 W/mK^(11,12). As menores temperaturas eutéticas previstas para os sistemas CaO-Al₂O₃ e Y₂O₃-Al₂O₃ são ao redor de 1390°C e de 1760°C⁽¹³⁾, respectivamente. Porém, existem relatos indicando que as mais baixas temperaturas eutéticas dos sistemas ternários AlN-CaO-Al₂O₃ e AlN-Y₂O₃-Al₂O₃ são 1290°C⁽¹²⁾ e 1686⁽¹²⁾ ou 1720°C⁽¹⁴⁾, respectivamente. Se a temperatura de sinterização é reduzida em função da diminuição da temperatura de formação de fase líquida, os dados



acima sugerem que a adição de compostos contendo cálcio deveria promover a densificação do AlN em menores temperaturas do que a adição de Y₂O₃. No entanto, as cerâmicas de AlN com adições individuais destes aditivos atingem alta densidade (> 98% da teórica) na mesma faixa de temperatura, isto é, ao redor de 1800°C⁽¹²⁾. Assim, este trabalho tem como objetivo identificar e compreender os possíveis mecanismos de densificação que atuam durante a sinterização do AlN com adições individuais de Y₂O₃ e CaO.

MATERIAIS E MÉTODOS

As matérias-primas usadas foram pó de AlN (0,6 µm e ~1% em peso de oxigênio, *Tokuyama Soda – grade F*), pó de Y₂O₃ (5,3 µm, *Aldrich Chemical Company*), pó de CaCO₃ PA (5,6 µm, *Anidrol Produtos Químicos*), polietileno glicol como ligante (*PEG, Nacalai Tesque*) e álcool isopropílico PA como meio de mistura. Os pós granulados de AlN sem aditivo e com adições individuais de 4% em peso de Y₂O₃ e CaO foram produzidos por: i) mistura em moinho de bolas por 20 h usando recipiente e elementos de moagem de material polimérico; ii) adição de solução com 2% em peso de PEG e moagem por mais 2 h; iii) secagem em placa quente; e iv) granulação em peneira de náilon com abertura de 80 *mesh*. A compactação das amostras foi realizada em matriz metálica com diâmetro de 7 mm. Este procedimento foi realizado em duas etapas, sendo primeiro prensado uniaxialmente a 20 MPa por 30 s e, então, prensado isostaticamente a 150 MPa por 15 s. Os corpos compactados foram calcinados a 600°C por 0,5 h sob atmosfera de nitrogênio em forno de elemento resistivo de grafite (*Thermal Technology, 1000-560-FP20*). As amostras foram sinterizadas a 1850°C por 1 h sob atmosfera de nitrogênio em dilatômetro (*Netsch, 402*). As taxas de aquecimento e resfriamento foram 10 e 30°C/min, respectivamente. A densidade dos corpos compactados foi determinada pelo método geométrico, usando os valores das dimensões e das massas dos corpos-de-prova. A densidade dos corpos sinterizados foi determinada pelo método de imersão em líquido (método de Arquimedes) e as densidades relativas foram calculadas pela regra das misturas, usando as densidades teóricas do AlN (3,261 g/cm³), Y₂O₃ (5,01 g/cm³) e CaO (3,31 g/cm³). As curvas de retração linear foram traçadas com os dados obtidos no ensaio de dilatométrica. As curvas de taxa de



retração foram traçadas com os dados da derivada das curvas de retração linear. A densidade relativa obtida a partir dos dados do ensaio de dilatométrica foi calculada pela seguinte equação:

$$\Delta\rho = \left[\frac{\left(\frac{L_0}{L(t)} \right)^3 \times \rho_0}{\rho_{\text{teórico}}} \right] \times 100 \quad (\text{A})$$

onde $\Delta\rho$ é a densidade relativa, L_0 é o comprimento inicial do corpo compactado, $L(t)$ é o comprimento depende do tempo, ρ_0 é a densidade do corpo compactado e $\rho_{\text{teórico}}$ é a densidade teórica (DT) calculada pela regra das misturas.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

O AIN apresentou pequena retração linear (5,4%) após o tratamento isotérmico (Fig. 1a), mostrando que esta cerâmica tem baixa sinterabilidade até 1850°C. O uso de Y_2O_3 e CaO deslocou as curvas de retração linear para menores temperaturas (Fig. 1a), mostrando a efetiva ação destes aditivos na densificação do AIN. Apesar das amostras com Y_2O_3 e CaO apresentarem curvas de retração linear relativamente próximas (Fig. 1a), observou-se que estas curvas apresentaram comportamentos distintos. O início de retração linear do AIN com Y_2O_3 foi ao redor de 1200°C (Fig. 1a), enquanto o do AIN com CaO foi ao redor de 870°C. Porém, a amostra com CaO teve um aumento significativo de retração linear somente a partir de 1350°C (Fig. 1a). A amostra com Y_2O_3 teve um patamar na curva de retração linear entre 1500 e 1540°C (Fig. 1a). Acima desta faixa de temperatura, a retração linear aumentou rapidamente, atingindo quase retração linear máxima (17,3%) ao redor de 1800°C. A amostra com CaO não apresentou nenhum patamar até 1850°C (Fig. 1a). A 1800°C, a retração linear do AIN com CaO foi cerca de 2% (15,2%) menor do que a do AIN com Y_2O_3 (17,3%). Embora o AIN com Y_2O_3 tenha alcançado retração linear máxima em menor temperatura do que o AIN com CaO, as duas amostras tiveram valores próximos de retração linear (~18%) após o tratamento isotérmico a 1850°C (Fig. 1a).

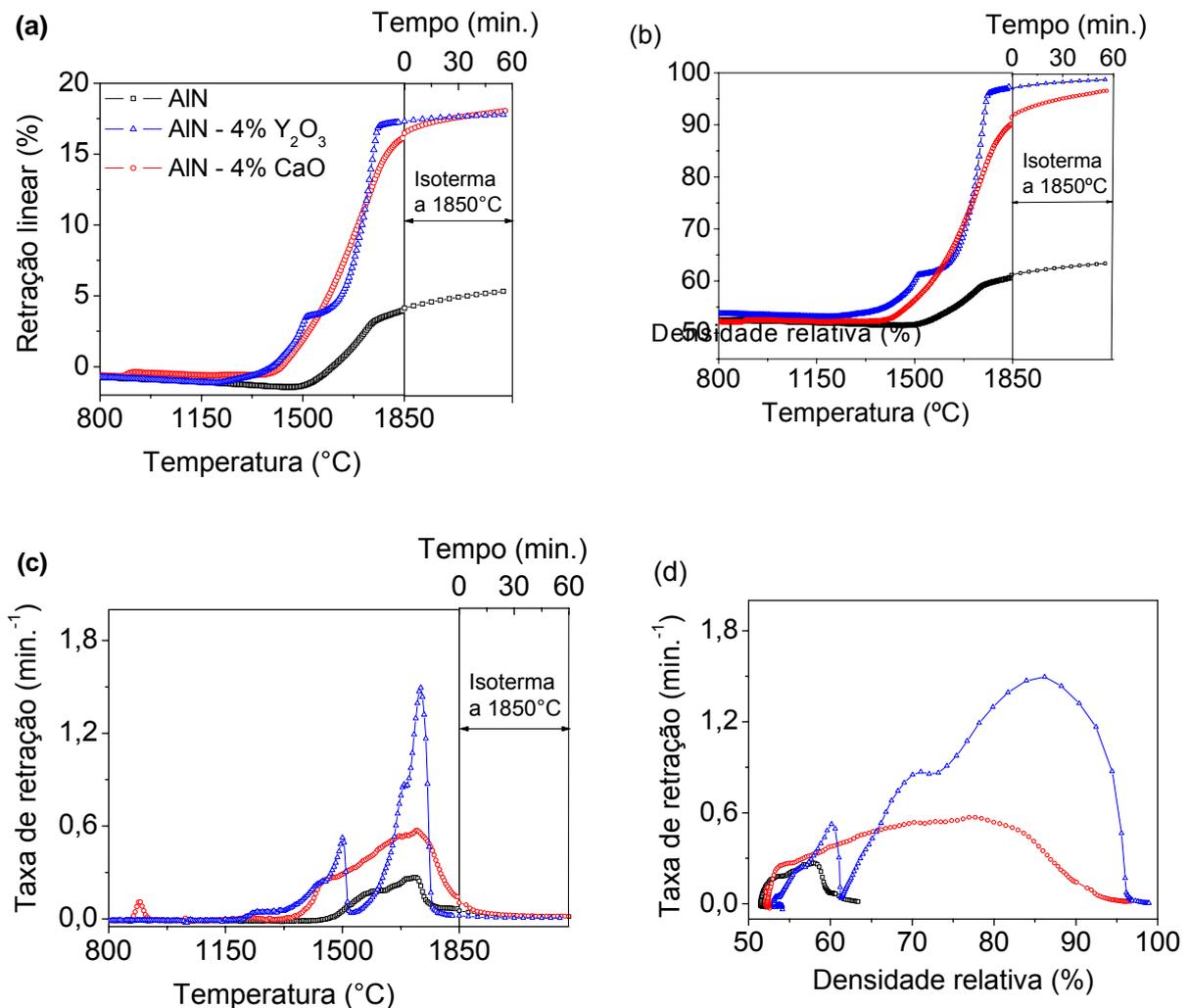


Fig. 1: Curvas de retração linear (a), densidade relativa calculada pela equação A (b), taxa de retração (c) e relação entre taxa de retração e densidade relativa (d) do AlN sem aditivo e com adições individuais de 4% em peso de Y_2O_3 e CaO sinterizadas em dilatômetro a 1850°C.

A densidade relativa de todos os corpos compactados foi ao redor de 55% DT, independente do uso ou tipo de aditivo de sinterização. A Figura 1b mostra os resultados de densidade relativa calculada pela equação A em função da temperatura. O AlN alcançou densidade de 63,5% DT (Fig. 1b), enquanto o AlN com Y_2O_3 e com CaO alcançaram densidades de 98,9% e 96,8% DT, respectivamente. Para o AlN com aditivos, as densidades calculadas pela equação A foram cerca de 1% menores do que as determinadas pelo método de Arquimedes. Estes resultados indicaram que é possível relacionar os dados de retração linear com densificação para o AlN com Y_2O_3 e com CaO. Por outro lado, a densidade do AlN sem aditivo, determinada pelo método de Arquimedes (~82% DT), foi significativamente maior do



que a calculada pela equação A (63,5%). Estes resultados mostraram que não é possível relacionar os dados de retração linear com densificação para o AlN sem aditivo, pois esta amostra alcançou densificação de 27% a 1850°C e somente retraiu o equivalente a 8,5% de densificação.

Koestler *et al.*⁽¹⁵⁾ observaram por microscopia eletrônica de transmissão a formação da fase $Y_4Al_2O_9$ (YAM) por reação no estado sólido na interface entre as partículas de AlN e Y_2O_3 . Estes autores indicaram que a composição química da segunda-fase pode variar em função do teor de oxigênio presente no pó de AlN e da quantidade de aditivo de sinterização. Existem alguns trabalhos em que se observaram fases de aluminato de ítrio a 1150⁽¹⁵⁾ e 1200°C⁽¹⁶⁾. Estes resultados indicaram que o início de retração linear do AlN com Y_2O_3 (1200°C, Fig. 1a) está relacionado com a formação de fases de aluminato de ítrio. Watari *et al.*⁽¹⁶⁾ indicaram que a formação de fases de aluminato de ítrio nos contornos de grão produz lacunas na camada superficial dos grãos de AlN, o que pode aumentar consideravelmente o coeficiente de difusão e, então, favorecer a densificação do AlN em menores temperaturas.

As curvas de taxa de retração apresentaram vários picos (Fig. 1c), indicando a ocorrência de vários fenômenos durante a sinterização até 1850°C. O primeiro pico de taxa de retração do AlN com Y_2O_3 ocorreu a 1500°C (Fig. 1c). Este pico de retração não pode ser associado com a formação de fase líquida, pois as temperaturas eutéticas mais baixas previstas no sistema AlN- Y_2O_3 - Al_2O_3 são 1686⁽¹²⁾ ou 1720°C⁽¹⁴⁾. Molisani *et al.*⁽¹⁷⁾ não observaram evidências de formação de fase líquida em amostras de AlN com 0,5 a 4% em peso de Y_2O_3 sinterizadas a 1650 e 1700°C. Porém, observaram um significativo engrossamento (*coarsening*) microestrutural nestas amostras. Provavelmente, este engrossamento microestrutural ocorreu devido ao aumento do coeficiente de difusão, que foi intensificado pelo aumento de temperatura e pela reação entre o AlN e as fases de aluminato de ítrio. Na amostra com Y_2O_3 , observou-se dois “ombros” ligados ao primeiro pico de taxa de retração (Fig. 1c). As temperaturas em que ocorreram estes “ombros” foram 1240 e 1450°C. Estes “ombros” podem estar relacionados com a formação de diferentes fases de aluminato de ítrio, já que Molisani *et al.*⁽¹⁷⁾ observaram a presença das fases $Y_3Al_5O_{12}$ (YAG), $Y_4Al_2O_9$ (YAM) e $YAlO_3$ (YAP) na amostra de AlN com 4% de Y_2O_3 sinterizada entre 1650 e 1750°C. A densidade relativa da amostra de AlN com Y_2O_3 foi cerca de 60% DT no primeiro pico de taxa



de retração (Fig. 1d). Este resultado mostrou que a formação das fases de aluminato de ítrio e, posterior, reação entre o AlN e estas segundas-fases causaram uma densificação de 5% até 1500°C.

O segundo pico de taxa de retração da amostra com Y₂O₃ também apresentou um “ombro” ao redor de 1685°C (Fig. 1c). Esta temperatura é praticamente igual à temperatura eutética (1686°C) mais baixa prevista no sistema AlN-Y₂O₃-Al₂O₃⁽¹²⁾. A densidade relativa desta amostra foi cerca de 70% DT no “ombro” observado no segundo pico de taxa de retração (Fig. 1d). Este resultado indicou que o AlN com Y₂O₃ apresentou uma densificação de 15% por sinterização no estado sólido. A temperatura do segundo pico de máxima taxa de retração foi ao redor de 1730°C (Fig. 1c), que é próxima a temperatura eutética (1720°C) relacionada com a fase YAG⁽¹⁴⁾. Molisani *et al.*⁽¹⁷⁾ observaram evidências de formação de fase líquida em amostras de AlN com até 4% de Y₂O₃ sinterizadas a 1725°C. No entanto, existem relatos indicando que a formação de fase líquida durante a sinterização do AlN com Y₂O₃ ocorre ao redor de 1760°C⁽¹⁸⁾. Estes resultados mostram que existem controvérsias a respeito da temperatura de formação de fase líquida durante a sinterização do AlN com Y₂O₃. Contudo, pode-se afirmar que o segundo pico de taxa de retração está associado com a formação de fase líquida. Molisani *et al.*⁽¹⁷⁾ indicaram que a formação de fase líquida a 1725°C em amostras de AlN com 0,5 a 4% de Y₂O₃ está associada com a fusão da fase YAG. A densidade da amostra com Y₂O₃ foi cerca de 86% DT no segundo pico de máxima taxa de retração (Fig. 1d). Este resultado mostrou que, entre 1685 e 1730°C, ocorreu uma densificação ao redor de 15%. Provavelmente, o mecanismo de rearranjo de partículas da sinterização via fase líquida foi responsável, pelo menos em parte, por estes 15% de densificação no AlN com Y₂O₃. Acima de 1730°C, o mecanismo de solução-reprecipitação da sinterização via fase líquida teve participação importante no processo de densificação do AlN com Y₂O₃. Esta amostra teve rápida densificação após a formação de fase líquida, pois atingiu quase retração linear máxima ao redor de 70°C (~1800°C, Fig. 1a) acima da temperatura prevista para formação de fase líquida (1730°C, Fig. 1c).

O primeiro pico de taxa de retração do AlN com CaO foi ao redor de 890°C (Fig. 1c), sendo este pico associado com a decomposição do CaCO₃ em CaO e CO₂. Existem vários relatos indicando que a decomposição do CaCO₃ pode ocorrer entre 800 e 1000°C^(19,20). Este processo de decomposição não influenciou o



comportamento de densificação do AlN (Figs. 1a e 1b). Apesar de existirem relatos mostrando que é possível formar fases de aluminato de cálcio a 1100°C⁽²¹⁾, observou-se um aumento significativo na retração linear do AlN com CaO após 1350°C (Fig. 1a). Outros trabalhos também indicaram que a temperatura de início de retração do AlN com compostos contendo cálcio ocorre entre 1300 e 1500°C^(11,22,23). Estes resultados mostraram que a formação de fases de aluminato de cálcio em menores temperaturas não causou retração linear no AlN, como observado para o AlN com Y₂O₃. A amostra com CaO não apresentou picos definidos de máxima taxa de retração (Fig. 1c), sendo esta curva similar a do AlN sem aditivo. A temperatura de primeiro pico de taxa de retração foi prevista ao redor de 1450°C (Fig. 1c). Molisani *et al.*⁽²¹⁾ identificaram as fases C₁₂A₇ (12CaO.7Al₂O₃) e CA (CaO.Al₂O₃) em amostras de AlN com 4% CaO, adicionado como CaCO₃, sinterizadas entre 1100 e 1500°C. As temperaturas eutéticas relacionadas com estas fases de aluminato de cálcio são menores em relação à temperatura do primeiro pico de taxa de retração do AlN com CaO. Estes resultados indicaram que este pico de taxa de retração pode estar relacionado com a formação de fase líquida. A densidade do AlN com CaO foi cerca de 53% DT no primeiro pico de taxa de retração (Fig. 1d). Este valor de densidade é próximo ao valor médio de densidade dos corpos compactados, indicando que não ocorreu densificação nesta faixa de temperatura.

Embora a formação de fase líquida seja um fator benéfico para o processo de densificação⁽²⁴⁾, o AlN com CaO, mesmo formando fase líquida abaixo de 1500°C, não densificou em menores temperaturas do que o AlN com Y₂O₃. Existem relatos indicando que a densificação do AlN com compostos contendo cálcio pode ser restringida abaixo de 1600°C devido à alta viscosidade das fases de aluminato de cálcio^(25,26). Porém, a temperatura de sinterização do AlN com CaO e com CaO e Y₂O₃ foi reduzida significativamente pela adição de Li₂O^(12,27). Estes resultados indicaram que o Li₂O mudou o comportamento de viscosidade das segundas-fases em baixas temperaturas, favorecendo o molhamento e espalhamento da fase líquida entre os grãos de AlN. Isto ativou os mecanismos de rearranjo de partículas e solução-reprecipitação da sinterização via fase líquida em menores temperaturas, promovendo a densificação do AlN com compostos contendo cálcio e lítio entre 1600 e 1650°C^(22,27). Assim, pode-se dizer que a elevada viscosidade das fases de aluminato de cálcio abaixo de 1600°C foi um dos fatores que contribuíram para o atraso observado na densificação do AlN com CaO. A densidade do AlN com CaO



foi aumentando em função da temperatura de sinterização (Fig. 1b), indicando que o aumento de temperatura causou a diminuição da viscosidade das fases de aluminato de cálcio. Porém, a taxa de retração do AIN com CaO aumentou lentamente com a temperatura (Fig. 1c), indicando que a cinética de densificação foi lenta durante a sinterização. A densidade relativa da amostra com CaO foi ao redor de 77% DT no segundo pico de taxa de retração (Fig. 1d), indicando que esta amostra teve uma densificação de 22% até 1725°C. Esta amostra apresentou 9% a menos de densificação do que o AIN com Y_2O_3 na mesma faixa de temperatura, reforçando a idéia de que o uso de aditivos contendo cálcio atrasa a densificação do AIN.

Molisani *et al.*⁽²¹⁾ observaram a presença de poros grandes em amostras de AIN com 2% a 8% de CaO, adicionado como $CaCO_3$, sinterizadas entre 1300 e 1800°C. Estes poros foram formados devido ao uso de $CaCO_3$ com larga distribuição granulométrica em relação a do AIN. No presente trabalho, utilizaram-se as mesmas matérias-primas, sugerindo que a lenta cinética de densificação do AIN com CaO também está relacionada com a formação de poros grandes. As partículas de $CaCO_3$ foram decompostas em CaO e, então, reagiram com as partículas de AIN para formar fases de aluminato de cálcio. Em altas temperaturas, estas partículas de segundas-fases fundiram e a fase líquida se espalhou entre as partículas de AIN. Assim, os sítios ocupados inicialmente por estas partículas grandes ficaram vazios (formando poros grandes), enquanto a “matriz” densificou por rearranjo de partículas devido ao espalhamento da fase líquida entre as partículas primárias de AIN. Isto gerou microestruturas compostas de “matriz” densa com poros grandes dispersos homogeneamente. A eliminação destes poros foi lenta, sendo necessário o uso de elevadas temperaturas de sinterização ($\geq 1800^\circ C$). Isto explica porque o AIN com CaO continuou retraindo durante o tratamento isotérmico a 1850°C.

CONCLUSÕES

O comportamento de densificação do AIN com Y_2O_3 e com CaO foi estudado por dilatometria até a temperatura de 1850°C. O AIN com Y_2O_3 iniciou sua retração ao redor de 1200°C devido à formação de fases de aluminato de ítrio por reação no estado sólido. Esta amostra apresentou 15% de densificação por mecanismos de sinterização no estado sólido devido à reação entre as partículas de AIN e as fases



de aluminato de ítrio. O restante da densificação (30%) ocorreu por sinterização via fase líquida devido à formação de líquido a partir de 1730°C. O AIN com Y₂O₃ teve rápida densificação após a formação de fase líquida, atingindo quase retração linear máxima ao redor de 1800°C. A formação das fases de aluminato de cálcio não causou retração linear no AIN com CaO no estado sólido, pois observou-se retração linear significativa somente acima das temperaturas previstas para formação destas fases. A formação de fase líquida foi prevista ao redor de 1450°C, mas isto também não causou densificação rápida no AIN. A lenta densificação do AIN com CaO foi relacionada com: i) alta viscosidade das fases de aluminato de cálcio abaixo de 1600°C; e ii) formação de poros grandes devido ao uso de aditivo (CaCO₃) com larga distribuição granulométrica em relação a do AIN. Estes fatores restringiram a densificação do AIN com CaO, resultando em maiores temperaturas de densificação do que o AIN com Y₂O₃.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à FAPESP e ao CNPq pelo financiamento para a realização desta pesquisa.

REFERÊNCIAS

1. Y. Baik and R.A.L. Drew, Key Eng. Mater. **122-124** (1996) 553.
2. R.-R. Lee, J. Am. Ceram. Soc. **74**, 9 (1991) 2242.
3. M.-C. Wang, C.-C. Yang, N.-C. Wu, Mater. Sci. Eng. **343A** (2003) 97.
4. R. A.L.Drew, Y. Baik, M. Entezarian, Mater. Sci. Forum **325-326** (2000) 249.
5. P. Bowen, J.G. Highfield, A. Mocellin, T.A. Ring, J. Am. Ceram. Soc. **73** (1990) 724.
6. T. Sakai & M. Iwata, J. Mater. Sci. **12** (1977) 1659.
7. G.A. Slack, R.A. Tanzilli, R.O. Pohl, J.W. Vandersande, J. Phys. Chem. Solids **48** (1987) 641.
8. Y. Kurokawa, K. Utsumi, H. Takamizawa, J. Am. Ceram. Soc. **71** (1988) 588.
9. K. Komeya, H. Inoue, A. Tsuge, Yogyo-KyoKai-Shi **89** (1981) 330.
10. N. Kuramoto, H. Taniguchi, I. Aso, Am. Ceram. Soc. Bull. **68** (1989) 883.
11. A. Geith, M. Kulig, T. Hofmann, C. Rüssel, J. Mater. Sci. **28** (1993) 865.



12. K. Watari, H.J. Hwang, M. Toriyama, S. Kanzaki, J. Mater. Res. **14** (1999) 1409.
13. E.M. Levin, C.R. Robbins, H.F. Mcmuridie, Supplement phase diagrams for ceramics (1964) Fig. 231 e Fig. 2344.
14. K. Shinozaki, Y. Sawada, N. Mizutani, Proc. Mass and Charge transport in Ceramics (1996), Nagoya – Japan, **71** 307.
15. C. Koestler, H. Bestgen, A. Roosen, W. Boecker, Third Euro-Ceramic (1993), Eds.: P. Duran, J.F. Fernandes, Faenza Editrice Ibérica, Spain, **1** 913.
16. K. Watari, M. Brito, M. Yasuoka, M.C. Valecillos, K.J. Kanzaki, J. Ceram. Soc. Japan **103** (1995) 891.
17. A.L. Molisani, H.N. Yoshimura, H. Goldenstein, Cerâmica, **52** (2006) 151.
18. A.V. Vikar, T.B. Jackson, K.L. More, R.A. Cutler, J. Am. Ceram. Soc. **80** (1997) 1421.
19. E.T. Stepkowska, M.A. Aviles, J.M. Blanes, J.L. Perez-Rodriguez, J. Therm. Analys. Calorim. **87**, 1 (2007) 189.
20. J.M. Criado, M. González, J. Málek, A. Ortega, Thermochemica Acta **254** (1995) 121.
21. A.L. Molisani, H.N. Yoshimura, H. Goldenstein, K. Watari, J. Eur. Ceram. Soc. **26**, 15 (2006) 3431.
22. K. Watari, M.C. Valecillos, M.E. Brito, M. Toriyama, S. Kanzaki, J. Am. Ceram. Soc. **79**, 12 (1996) 3103.
23. R. Zahneisen, C. Rüssel, J. Mater. Sci. **28** (1993) 870.
24. O. Known, G.L. Messing. J. Am. Ceram. Soc. **73**, 2 (1990) 275.
25. J. Jarrige, K. Bouzouita, C. Doradoux, M. Billy, J. Eur. Ceram. Soc. **12** (1993) 279.
26. A. Hafidi, M. Billy, J.P. Lecompte, J. Mater. Sci. **27** (1992) 3405.
27. L. Qiao, H. Zhou, H. Xue, S. Wang, J. Eur. Ceram. Soc. **23** (2003) 61.



STUDY OF ALUMINUM NITRIDE SINTERING BY DILATOMETRY

ABSTRACT

Aluminum nitride (AlN) ceramic has high thermal conductivity, being used as substrate and/or package material for electronic devices with high heat dissipation. The studies on the AlN are related with the optimization of thermal conductivity, while necessary attention to the sintering mechanisms has not been given. Thus, densification behavior of AlN with Y_2O_3 and with CaO (4 wt.%) was studied by dilatometry at 1850°C. Start shrinkage temperatures of samples with Y_2O_3 and with CaO were around 1200 and 1350°C, respectively. Maximum shrinkage peak temperatures to both samples were around 1730°C. However, the sample with Y_2O_3 had final shrinkage temperature around 1800°C, while the sample with CaO continued shrinking during the isothermal treatment at 1850°C.

KEY-WORDS: AlN, Y_2O_3 , CaO, Dilatometer, Sintering.