



بررسی ترموسینتیکی اکسیداسیون پودر نیتريد آلومینیوم

حمید عبدلی^۱، حمیدرضا فرنوش^۲، سید خطیب‌الاسلام صدرنژاد^۳

پژوهشگاه مواد و انرژی

(habdoli@alum.sharif.edu)

چکیده

نیتريد آلومینیوم (AIN) دارای خواص فیزیکی عالی نظیر ضریب انبساط حرارتی پایین و هدایت حرارتی و مقاومت الکتریکی بالاست. علیرغم کاربرده گسترده در صنایع دیرگداز، این ماده در دماهای بالا و اتمسفر محیط تمایل به اکسید شدن دارد که این امر کاربری بلندمدت آن را تحت تاثیر قرار می‌دهد. لذا مطالعه اکسیداسیون این ماده چه از نقطه نظر بنیادی و چه کاربردی حائز اهمیت است. در این پژوهش، سینتیک اکسیداسیون پودر AIN در دماهای بالا به وسیله ترموگراویمتری بررسی شد. نتایج آزمون غیرهمدما در اتمسفر هوا نشان داد که اکسیداسیون پودر نانومتری در دماهای بسیار پایینتر از پودر میکرونی آغاز می‌شود. به کمک داده‌های آزمون همدما، سینتیک اکسیداسیون توسط معادلات مربوطه تشریح و مکانیزم کنترل کننده شناسایی شد. برای تفسیر سینتیک اکسیداسیون، فرآیند به دو بخش تقسیم شد؛ در زمان‌های اولیه از معادله نرخ واکنش درجه اول (مکانیزم جوانه زنی و رشد) و در ادامه فرآیند از معادله جاندر (مکانیزم نفوذ) برای توجیه مکانیزم نفوذ استفاده شد. انرژی اکتیواسیون هر دو مرحله محاسبه و همخوانی قابل قبولی میان آنها با مقادیر گزارش شده در منابع ملاحظه شد. اثر افزایش دما بر سینتیک اکسیداسیون پودر میکرونی و همچنین اثر کاهش اندازه ذره (برای دمای یکسان) نیز به کمک معادلات ریاضی حاکم بر هر بخش، نشان داده شد.

واژه‌های کلیدی: سینتیک، اکسیداسیون، نیتريد آلومینیوم، نانوپودر، ترموگراویمتری.

۱- دانشجوی دکترای مهندسی مواد.

۲- دانشجوی دکترای مهندسی مواد.

۳- استاد مواد.

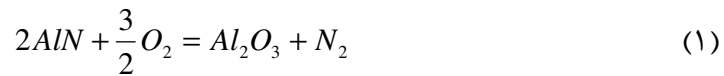
۱- مقدمه

نیتريد آلومينيوم (AlN) امروزه در صنعت کاربرد گسترده‌ای پیدا کرده و از این رو مورد توجه بسیاری قرار گرفته است. جانیشینی اکسید بریلیم و اکسید آلومینیوم در کاربردهای الکترونیکی و حرارتی مثل زیرلایه‌ها، نیمه هادیها، حرارت گیرها و غیره از آن جمله است [۱]. همچنین از AlN برای ساخت اجزای ریخته‌گری به ویژه در صنایع آلومینیوم مذاب و همچنین به عنوان دیرگداز و غیره استفاده می‌گردد. AlN ماده‌ای با خواص فیزیکی بسیار عالی نظیر هدایت حرارتی بالا ($320 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$)، ضریب انبساط حرارتی پایین ($4/3 \times 10^{-6}/\text{K}$) که نزدیک به سیلیسیم ($3/2 \times 10^{-6}/\text{K}$) است مقاومت الکتریکی بالا ($4 \times 10^8 \Omega/\text{cm}$)، ثابت دی الکتریک پایین (۸/۸) در ۱ MHz، پایداری حرارتی بالا ($2750^\circ\text{C} > \text{ذوب T}$) و چگالی پایین ($3/26 \text{ g/cm}^3$)، و همچنین خواص مکانیکی مناسبی همچون مقاومت سایشی بالا و سختی قابل قبول است [۲، ۳].

واضح است که خواص نهایی قطعه ساخته شده وابستگی بسیاری به رفتار AlN در محیطهای اکسید کننده مانند هوا دارد. از اینرو مطالعه اکسیداسیون این ماده چه از دیدگاه تئوری و چه کاربردی دارای اهمیت فراوانی است. اکسیژن یک ناخالصی عمده در AlN است که اثر مخربی بر روی خواص آن دارد، به این معنا که باعث کاهش پارامترهای شبکه AlN شده و هدایت حرارتی آنرا به شدت کاهش می‌دهد [۴-۷]. لذا دستیابی به درکی صحیح از ورود اکسیژن تا نحوه اکسایش ماده و آگاهی از مکانیزم و سینتیک این پدیده از دارای ارزش بالایی است. هر چند نباید فراموش کرد که گاهی لایه اکسیدی روی AlN دارای فایده است. برای نمونه، بهبود قابل توجهی در مقاومت آن در برابر آب در شرایط پیرامونی پس از حرارت دهی این ماده در هوا در بیشتر از 800°C ایجاد می‌شود که علت آن ممانعت از واکنش بین AlN و آب در دمای محیط در اثر ایجاد لایه Al_2O_3 است. همینطور چسبندگی فلزات به زیرلایه پلی کریستال AlN پس از اکسیداسیون بهبود می‌یابد [۸].

برخی محققان اکسیداسیون AlN را چه به شکل پودر و چه به شکل متراکم شده (به صورت زیرلایه) مورد بررسی قرار داده‌اند. آغاز اکسیداسیون بین دماهای 800°C و 700°C گزارش شده است. توافق عمومی آن است که در دماهای پایین، اکسیداسیون از قانون سرعت خطی تبعیت می‌کند که در دماهای بالاتر، به پارابولیک تغییر ماهیت می‌دهد. لذا در دماهای پایین، مرحله تعیین کننده سرعت واکنش میان اجزای اکسید کننده و سطح AlN است، در حالی که در دماهای بالاتر، نفوذ در لایه حفاظت کننده اکسیدی تعیین کننده خواهد بود. وقتی که سینتیک اکسیداسیون توسط سرعت واکنش سطحی تعیین می‌گردد، مقدار انرژی اکتیواسیون بستگی به طبیعت سطح AlN و نوع جزء یا اجزای اکسید کننده دارد. در عوض، زمانی که سینتیک اکسیداسیون توسط نفوذ اجزای اکسید کننده معین می‌گردد، مقدار انرژی اکتیواسیون به طبیعت لایه اکسیدی و نوع اکسید کننده وابسته خواهد بود. جدول ۱ نتایج برخی مطالعات گذشته در این زمینه را به طور خلاصه بیان می‌کند. تنوع مدل‌های سینتیکی ارائه شده (خطی یا پارابولیک) می‌تواند به این دلیل باشد که فرآیند اکسیداسیون تحت تاثیر پارامترهایی همانند اندازه ذره، دما، رطوبت محیط و ویژگیهای نمونه است.

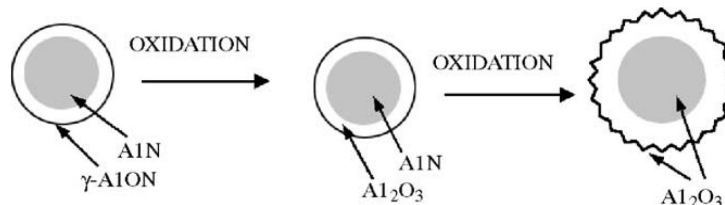
واکنش اکسیداسیون نیتريد آلومینیوم به صورت زیر است:



پس از قرار گرفتن پودر در مجاورت محیط اکسیدی، لایه اکسیدی Al_2O_3 اطراف ذرات را می‌گیرد که با گذشت زمان بر ضخامت آن افزوده می‌شود (شکل ۱) [۱۶]. رشد این لایه اکسیدی، پایداری شیمیایی AlN را به عنوان دیرگداز محدود می‌سازد [۱۷].

جدول ۱- نتایج مطالعات مشابه پیشین

منبع	انرژی اکتیواسیون محاسبه شده (kJ mol ⁻¹)	سینتیک اکسیداسیون	محدوده دمایی (°C)	شکل ماده
[۹]	۱۵۰	خطی ۷۵۰-۹۰۰°C	۷۵۰-۱۱۰۰	پودر
	۲۳۴	پارابولیک >۹۰۰°C		
[۱۰]	۱۸۸	خطی <۸۰۰°C	۶۰۰-۱۱۰۰	پودر
	۲۹۷	پارابولیک ۹۵۰-۱۱۰۰°C		
[۱۱]	تعیین نشد	پارابولیک	۱۳۰۰-۱۷۰۰	زیرلایه: پرس گرم شده بدون افزودنی
[۱۲]	تعیین نشد	هوا: پارابولیک N ₂ تر: خطی <۱۲۵۰°C پارابولیک >۱۳۵۰°C	۱۱۰۰-۱۴۰۰	زیرلایه: پرس گرم شده بدون افزودنی
[۱۳]	۳۶۶	خطی: Y ۱۱۰۰-۱۴۰۰°C	۶۰۰-۱۴۰۰	زیرلایه: پرس گرم شده با افزودنی Y ₂ O ₃ (Y) یا CaC ₂ (C)
	۳۶۶	خطی: C ۱۱۰۰-۱۲۰۰°C		
	۱۶۰	پارابولیک >۱۲۵۰°C		
[۱۴]	۳۴۷	خطی	۱۰۰۰-۱۳۰۰	زیرلایه: زینتر شده بدون افزودنی
[۱۵]	۱۷۵	خطی ۱۱۵۰°C	۱۱۵۰-۱۷۵۰	زیرلایه: زینتر شده بدون افزودنی
	۳۹۷	پارابولیک >۱۳۵۰°C		
[۱۵]	۲۷۱	خطی <۸۵۰°C	۸۵۰-۱۱۵۰	پودر
	۴۲۳	پارابولیک >۸۵۰°C		



شکل ۱- شماتیک اکسید شدن پودر نیتريد آلومینیوم [۱۶].

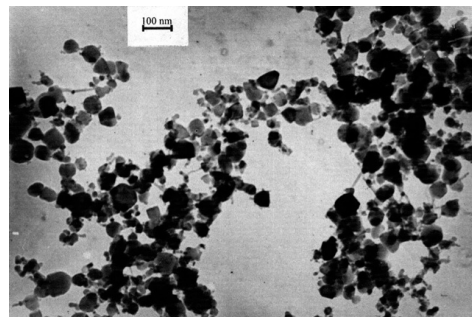
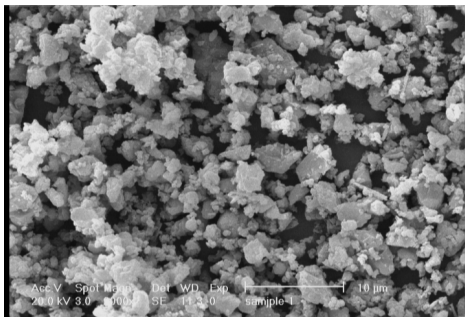
هدف این پژوهش، بررسی سینتیک اکسیداسیون پودر نیتريد آلومینیوم در اتمسفر محیط با استفاده از معادلات ریاضی حاکم بر این رفتار بود. همچنین اثر تغییر درجه حرارت و اندازه ذره پودر بر این رفتار مورد

مطالعه قرار گرفت. ثوابت سرعت واکنشهای مربوط به هر بخش محاسبه و از روی وابستگی سینتیک اکسیداسیون نیتريد آلومینیوم به دما و اندازه ذره مشخص شد.

۲. روش تجربی:

پودر نیتريد آلومینیوم میکروسایز (که در اینجا با M-AIN مشخص می شود) و نانوسایز (N-AIN) محصول شرکت آلدريچ، به عنوان مواد اولیه مورد استفاده قرار گرفتند. پودر میکرونی دارای خلوص بالای ۹۸٪ و میانگین اندازه ۱۰ μm و پودر نانوسایز دارای اندازه زیر ۱۰۰ nm بود. مورفولوژی پودرهای استفاده شده در شکل ۲ آمده است.

سینتیک اکسید شدن هر دو پودر به دو روش معمول در ترموگرایمتری مورد ارزیابی قرار گرفت (PL-STA 1640): (۱) در اکسیداسیون غیرهمدمما، نمونه ها از دمای محیط تا دمای ۱۲۰۰ °C با سرعت ۱۰ °C/min در هوای معمولی حرارت داده شدند. (۲) در اکسیداسیون غیرهمدمما، ابتدا نمونه ها در اتمسفر آرگون با بیشترین سرعت ممکن به دمای مورد نظر رسیده و سپس با تغییر اتمسفر (از آرگون به هوا) در این دما نگهداری شدند. تست غیرهمدمما به این دلیل انجام شد که محدوده دمایی برای انجام اکسیداسیون همدمما به دست آید. به کمک معادلات سینتیکی شناخته شده، نتایج ترموگرایمتری با هدف تبیین سینتیک اکسیداسیون، مورد تحلیل قرار گرفت. شناسایی فازهای مینرالی پیش و پس از اکسیداسیون نیز توسط آنالیز پراش پرتو ایکس (X-ray diffractometer model Siemens) انجام شد.

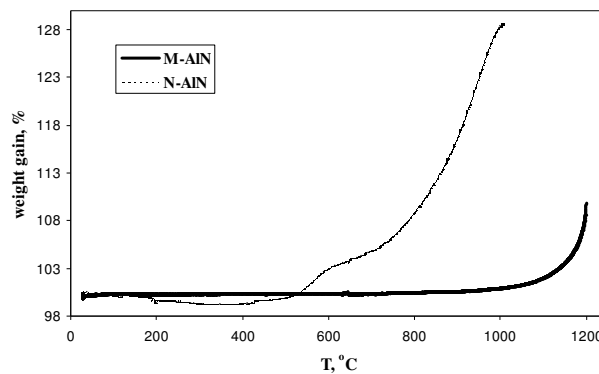


شکل ۲- مورفولوژی پودر نیتريد آلومینیوم میکرونی (راست) و نانومتري (چپ).

۳. نتایج:

۳-۱- نتایج آزمون ترموگراویمتری:

نتایج اکسیداسیون غیرهمدمای (منحنیهای TG در اتمسفر) در شکل ۳ نشان داده شده است. مجموع وزن کسب شده توسط پودرهای میکرونی و نانو به ترتیب در حدود ۹/۸٪ و ۲۶/۹٪ است. یعنی وزنی که نانوپودر کسب کرده در حدود سه برابر پودر میکرونی بوده است. دمای آغاز اکسیداسیون نیز به ترتیب در حدود ۱۰۰۰ و ۵۵۰ است. هرچند منحنیهای TG نشان می‌دهند که اکسیداسیون پودر میکرومتری با رسیدن به دماهای بحرانی سریعتر از نانو پودر بوده که به تدریج شروع به افزایش وزن کرده است. علت وزن کسب شده بیشتر نانوپودر نسبت به پودر میکرومتری به سطح ویژه بالاتر، دانسیته فشردگی کمتر، اندازه ذرات کوچکتر و انرژی اکتیواسیون ظاهری کمتر آن مربوط است [۱۸].



شکل ۳- نمودار تغییرات وزنی پودرها در شرایط غیرهمدمای.

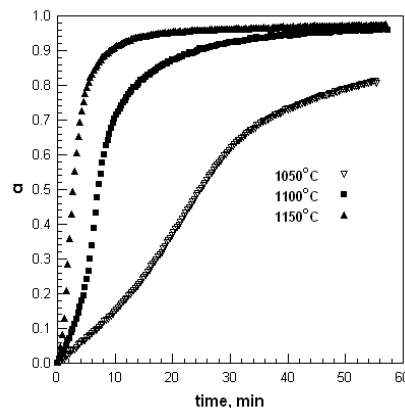
با توجه به نتیجه آزمون غیرهمدمای، دماهای مناسب برای بررسی سینتیک اکسیداسیون پودرها انتخاب شد. سه دمای ۱۰۵۰، ۱۱۰۰ و ۱۱۵۰ °C برای بررسی اثر درجه حرارت بر اکسیدشدن پودر میکرونی انتخاب شد. همچنین برای تعیین نقش اندازه ذرات، پودر نانومتری در دمای ۱۱۰۰ °C اکسید شد.

۳-۲- تحلیل ترموسینتیکی:

پارامتر سینتیکی تغییرات وزنی حاصل از داده های اکسیداسیون به صورت زیر بیان می شود:

$$\alpha = \frac{m_t - m_0}{m_\infty - m_0} \quad (2)$$

که در آن α ، درجه واکنش، m_0 وزن اولیۀ نمونه، m_t وزن نمونه در زمان t و m_∞ وزن نمونه بعد از اکسیداسیون کامل است. شکل ۴ تغییرات درجه واکنش را با زمان در دماهای مختلف نشان می‌دهد.



شکل ۴- تغییرات درجه واکنش با زمان اکسیداسیون در ایزوترم های ۱۰۵۰، ۱۱۰۰ و ۱۱۵۰ °C.

همانطور که مشاهده می شود، وزن نمونه در زمان های اولیه اکسیداسیون در دمای ۱۱۰۰ و ۱۱۵۰ °C با نرخ زیادی افزایش یافته و بعد از آن به دلیل نزدیک شدن به اکسیداسیون کامل، نرخ تغییرات درجه واکنش ثابت می ماند. در دمای ۱۰۵۰ °C، بعد از ۵۵ دقیقه تنها ۸۰ درصد واکنش پیش رفته است و نرخ افزایش وزن، کمتر از دو دمای بالاتر آن است.

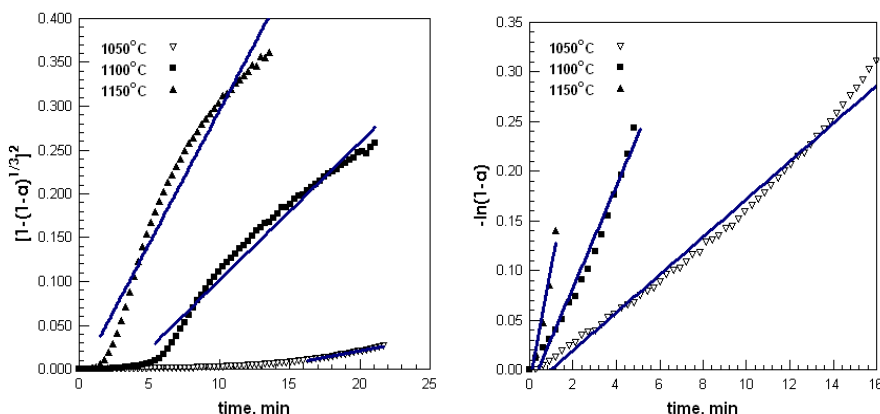
برای توضیح رفتار سینتیکی اکسیداسیون در زمان های اولیه از معادله نرخ واکنش درجه اول استفاده شد که بیانگر سینتیک جوانه زنی و رشد است و در ادامه فرآیند از معادله جاندر جهت توجیه مکانیزم نفوذ استفاده شد. برای توجیه وجود این دو مرحله، بهتر است بار دیگر به شکل ۱ توجه شود. ملاحظه می شود که در فرآیند اکسیداسیون پودر، در آغاز لایه اکسیدی محافظی پیرامون ذره ایجاد می شود. در ایجاد این لایه، تنها کنترل کننده فصل مشترک ذره نیتريد آلومینیوم است. اما با گذشت زمان و ایجاد این لایه، اتمهای اکسیژن برای رسیدن به هسته نیتريد آلومینیوم باید از لایه محافظ عبور کنند. به این ترتیب ادامه فرآیند اکسیداسیون توسط مکانیزم نفوذ کنترل خواهد شد. معادلات (۳) و (۴) مدل های کنترل کننده واکنش و کنترل کننده نفوذ (جاندر) را توصیف می کند:

$$-\ln(1-\alpha) = k_F t \quad (3)$$

$$[1-(1-\alpha)^{1/3}]^2 = k_J t \quad (4)$$

که در آن k_F و k_J به ترتیب ثابت های سرعت معادله واکنش درجه اول و معادله جاندر هستند.

شکل ۵- الف و ب به ترتیب تطابق مدل واکنش درجه اول و مدل جاندر را با داده های تجربی اکسیداسیون نشان می دهد. هر چه دمای اکسیداسیون بالاتر می رود، محدوده زمانی مدل واکنش درجه اول کوچکتر می شود و بر محدوده مدل نفوذی (جاندر) افزوده می شود. از طرف دیگر شیب نمودارهای هر دو مدل با بالا رفتن دما، افزایش می یابد. که نشان از افزایش مقادیر k در معادلات (۳) و (۴) با افزایش دما دارد.



(ب)

(الف)

شکل ۵- تغییرات درجه واکنش اکسیداسیون در مدل واکنش درجه اول (الف) و در مدل جاندر (ب).

جدول ۲ ثابت k حاصل از رگرسیون خطی مدل‌های واکنش درجه اول و جاندر را در سه دما نشان می‌دهد. افزایش k با افزایش دمای اکسیداسیون در اینجا قابل توجه است.

جدول ۱- ثابت k (بر حسب $1/\text{min}$) و ضریب همسازی حاصل از تطابق داده‌های تجربی اکسیداسیون با مدل

های واکنش درجه اول و جاندر

دما ($^{\circ}\text{C}$)	معادله واکنش درجه اول		معادله نفوذی جاندر	
	$k (\times 10^{-2})$	R^2	$k (\times 10^{-3})$	R^2
1050	1.91	0.9873	2.98	0.9892
1100	5.12	0.9692	15.7	0.9746
1150	11.6	0.9479	30.4	0.9516

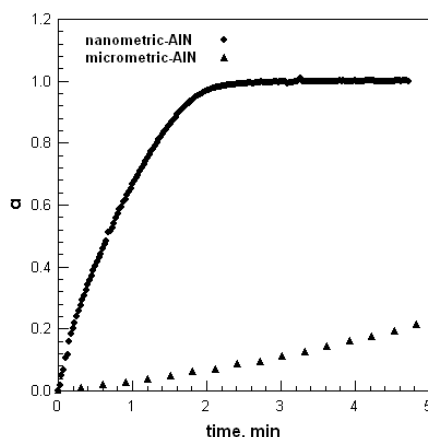
بر اساس رابطه آرنیوسی زیر بین ثابت سرعت k و دما، انرژی اکتیواسیون برای هر دو مدل محاسبه شد:

$$k = k_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (5)$$

که مقدار انرژی اکتیواسیون برای مرحله اول (واکنش درجه اول)، 283 kJ/mol و برای مرحله دوم (جاندر) 365 kJ/mol به دست آمد. افزایش انرژی اکتیواسیون در مرحله دوم نشان از نرخ تغییرات بیشتر ثابت سرعت در محدوده مکانیزم نفوذی جاندر با تغییرات دما است. مقادیر به دست آمده برای انرژی اکتیواسیون، همخوانی بسیار خوبی با مقادیر ذکر شده در منابع (جدول ۱) دارند.

نتایج داده‌های اکسیداسیون پودر نانومتری بر حسب درجه واکنش در شکل ۶ در مقایسه با پودر میکرونی آورده شده است. مشاهده می‌شود که در ۳ دقیقه اول اکسیداسیون پودر نانومتری کامل می‌شود و این در

حالی است که درجه واکنش اکسیداسیون پودر میکرونی بعد از ۵ دقیقه، ۰/۲ است و هنوز در محدوده مرحله اول (واکنش درجه اول) قرار گرفته است.



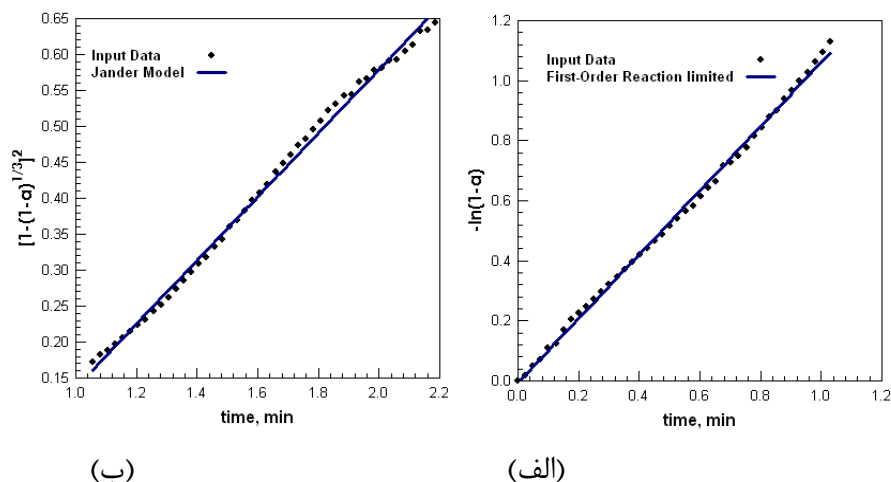
شکل ۵- تغییرات درجه واکنش اکسیداسیون در دمای ۱۱۰۰°C برای پودر AIN نانومتری و میکرومتری.

جدول ۳ ثابت k حاصل از رگرسیون خطی دو مدل را برای مقایسه پودر میکرومتری و نانومتری نشان می دهد. همانطور که مشخص است ثابت سرعت واکنش برای پودر نانومتری در مقایسه با پودر میکرومتری تقریباً ۲۰ برابر شده است و بیانگر نرخ زیاد اکسیداسیون پودر نانومتری در مقایسه با پودر میکرومتری است.

جدول ۳- ثابت k (بر حسب ۱/min) و ضریب همسازی حاصل از تطابق داده های تجربی اکسیداسیون با مدل های واکنش درجه اول و جاندر برای پودر های نانومتری و میکرونی AIN در دمای ۱۱۰۰°C

	معادله واکنش درجه اول		معادله نفوذی جاندر	
	k	R ²	k	R ²
N-AIN	1.07	0.9977	0.442	0.9960
M-AIN	0.05	0.9692	0.016	0.9746

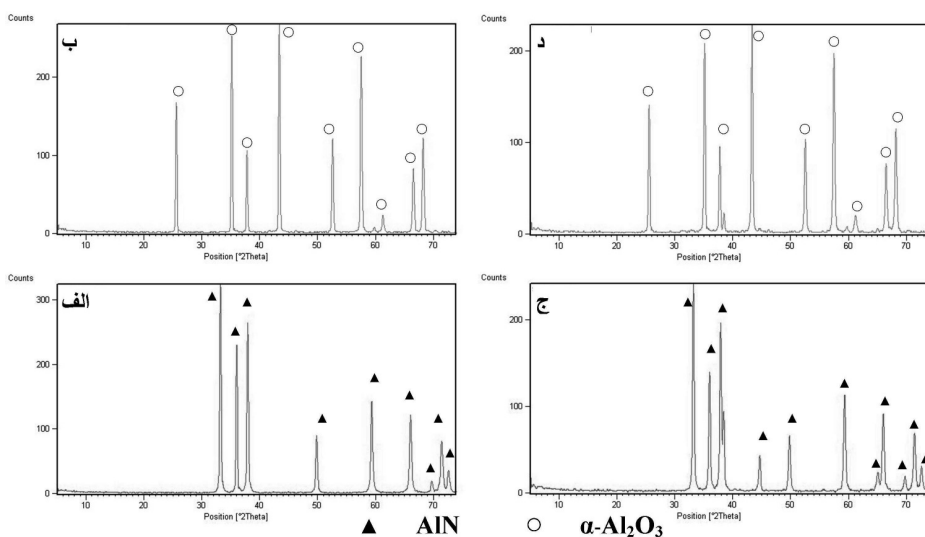
برای پودر نانومتری همانند پودر میکرونی، از مدل های واکنش درجه اول و جاندر برای توضیح رفتار سینتیکی اکسیداسیون در دمای ۱۱۰۰°C استفاده شد. شکل ۶- الف و ب، نحوه تغییرات درجه واکنش در دو مدل را نشان می دهد.



شکل ۶- تغییرات درجه واکنش اکسیداسیون پودر AlN نانومتری در مدل واکنش درجه اول (الف) و در مدل جاندر (ب) و در دمای ۱۱۰۰°C.

۳-۳- نتایج XRD:

به منظور درک بهتر از فرآیند اکسیداسیون پودر نیتريد آلومینیوم، آنالیز پراش پرتو ایکس پودر، پیش و پس از اکسیداسیون در دمای ۱۱۰۰ °C انجام شد که نتیجه آن در شکل ۷ آمده است. آنالیز XRD نشان داد که محصول اکسیداسیون کرنوم است و شدت پیکهای مشخصه آن با افزایش دمای اکسیداسیون افزایش یافت. از نظر ظاهری نیز پودر خاکستری رنگ نیتريد آلومینیوم پس از حرارت دیدن (و تکمیل اکسیداسیون) به رنگ سفید درآمد.



شکل ۷- الگوهای XRD مربوط به پودرهای اولیه (الف و ج) و اکسیدشده در دمای ۱۱۰۰ °C (ب و د).



۴. نتیجه گیری:

اکسیداسیون غیرهمدمای پودرهای میکرونی و نانومتری نیتريد آلومینیوم نشان داد که وزن کسب شده توسط نانوپودر در حدود سه برابر پودر میکرونی است. دمای آغاز اکسیداسیون نیز برای پودر نانومتری بسیار کمتر از پودر میکرونی بود. برای تفسیر سینتیک اکسیداسیون، فرآیند به دو بخش تقسیم شد؛ در زمان های اولیه از معادله نرخ واکنش درجه اول (مکانیزم جوانه زنی و رشد) و در ادامه فرآیند از معادله جاندر (مکانیزم نفوذ) برای توجیه مکانیزم نفوذ استفاده شد. انرژی اکتیواسیون هر دو مرحله محاسبه و همخوانی قابل قبولی میان آنها با مقادیر گزارش شده در منابع ملاحظه شد. اثر افزایش دما بر سینتیک اکسیداسیون پودر میکرونی نیز به کمک معادلات به کار گرفته شده، از طریق افزایش ثابت سرعت (k) برای هر مرحله نشان داده شد. به همین صورت، اثر کاهش اندازه ذره بر سینتیک اکسیداسیون، ارزیابی و ملاحظه شد که کاهش اندازه ذره از حدود ۱۰ میکرون به حدود ۱۰۰ نانومتر، ثابت سرعت اکسیداسیون را در مرحله ای که توسط فصل مشترک کنترل می شود، ۲۱ برابر، و در مرحله ای که توسط نفوذ کنترل می گردد حدود ۲۷ برابر می کند. ضریب همسازی قابل قبول به دست آمده در تمام مراحل، نشان دهنده قابل اعتماد بودن محاسبات انجام شده بود.

منابع:

1. Luo, B., "High Breakdown M-I-M Structures on Bulk AlN. Solid State Electron", Vol. 46, No.4, 2002, pp. 573-576.
2. Slack, G.A., "Nonmetallic Crystals with High Thermal Conductivity", J. Phys. Chem. Solids, Vol. 34, No.2, 1973, pp. 321-335.
3. Strite, S., Morkoc, H., "Gallium Nitride, Aluminum Nitride and Indium Nitride: A Review", J. Vac. Sci. Technol. B, Vol. 10, No.4, 1992, pp. 1237-1266.
4. Guw, Z., Edgar, J.H., "Thermal Oxidation of Aluminum Nitride Powder", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 89, No.7, 2006, pp. 2167-2171.
5. Harris, J.H., Youngman, R.A., Teller, R.G., "On the Nature of the Oxygen-Related Defect in Aluminum Nitride", J. Mater. Res., Vol. 5, No. 8, 1990, pp. 1763-1767.
6. Slack, A., McNelly, T.F., "Growth of High-Purity AlN Crystals", J. Crystal Growth, Vol. 34 No.2, 1976, pp. 263-279
7. Slack, G.A., "Some Effects of Oxygen Impurities on AlN and GaN", J. Cryst. Growth, Vol. 246, 2002, pp. 287-298.
8. Yue, R., "SIMS Study on the Initial Oxidation Process of AlN Ceramic Substrate in the Air", Appl. Surf. Sci., Vol. 148, 1999, pp. 73-78.
9. Katnani, A.D., Papatthomas, K.I., "Kinetics and initial stages of oxidation of aluminum nitride: Thermogravimetric analysis and x-ray photoelectron spectroscopy study", J. Vac. Sci. Technol. A Vol. 5, 1987, pp. 1135-1340.
10. Suryanarayana, D., "Oxidation kinetics of aluminum nitride", J. Amer. Ceram. Soc., Vol. 73, No.4, 1990, pp. 1990-1992.
11. Boch, P., Ceram. Intl., Vol. 8, 1982, pp. 34.
12. Sato, T., J. Mater. Sci., Vol. 22, 1987, p.2277.
13. Bellosi, A., Landi, E., Tampieri, A., J. Mater. Res., Vol. 8, 1993, p. 565.
14. Robinson, D., Dieckmann, R., J. Mater. Sci., Vol. 29, 1994, p. 1949.
15. Brown, A.L., Norton, M.G., "Oxidation kinetics of AlN powder". J. Mater. Lett., Vol. 17, 1998, pp. 1519-1522.



16. Maghsoudipour, A., "Oxidation behavior of AlN-Al₂O₃ composites", *Ceram. Int.*, Vol. 30, 2004, pp. 773-783.
17. Gozzia, D., Montozzi, M., Cigninib, P.L., "Oxidation kinetics of refractory carbides at low oxygen partial Pressures", *Solid State Ionics*, Vol. 123, 1999, pp. 11-18.
18. Quanl, J., "Effect of particle size on oxidation of silicon carbide powders", *Ceram. Int.*, Vol. 33, 2007, pp. 309-313.