(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0125677
(43) 공개일자 2017년11월15일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 25/02 (2006.01) *B01J 19/08* (2015.01)
B01J 6/00 (2006.01) *C01B 21/064* (2006.01)
C01F 7/02 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C01B 25/02 (2013.01)
B01J 19/088 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-0055899
(22) 출원일자 2016년05월06일
심사청구일자 2016년05월06일

(71) 출원인
부경대학교 산학협력단
부산광역시 남구 신선로 365 (용당동, 부경대학교)
(72) 발명자
권한상
부산광역시 수영구 광안해변로 459-5, 402호(민락동, 화인아트빌리지)
홍지상
부산광역시 남구 용소로 45, 물리학과(대연3동, 부경대학교)
(74) 대리인
김정수

전체 청구항 수 : 총 10 항

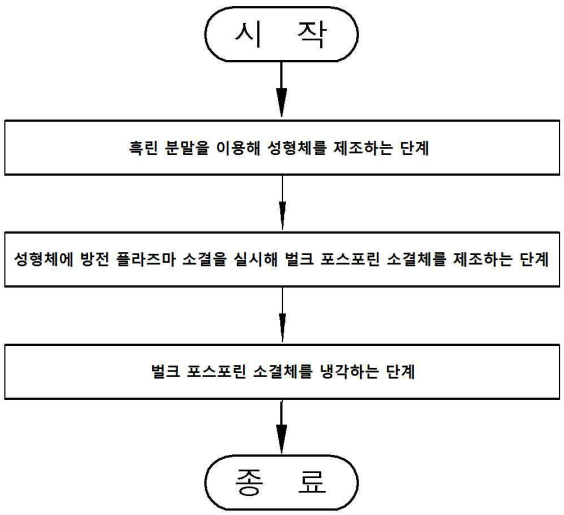
(54) 발명의 명칭 **방전플라즈마 소결 공정을 이용한 벌크 포스포린의 제조방법 및 이에 의해 제조된 벌크 포스포린**

(57) 요 약

본 발명은, 본 발명은, (a) 흑린(black phosphorus) 분말을 이용해 성형체를 제조하는 단계; (b) 상기 성형체에 방전 플라즈마 소결(spark plasma sintering, SPS)을 실시해 벌크 포스포린 소결체를 제조하는 단계; 및 (c) 상기 벌크 포스포린 소결체를 냉각하는 단계를 포함하는 벌크 포스포린의 제조방법을 제공한다.

본 발명에 따른 벌크 포스포린의 제조방법에 의하면, 방전 플라즈마 소결(spark plasma sintering, SPS) 공정을 이용해 단시간에 손쉽게 고밀도의 균질한 벌크 포스포린을 제조할 수 있으며, 상기 제조방법에 의해 제조된 벌크 포스포린은 대기 중에서 산화가 진행되어도 전기적 특성이 저하되지 않아 기존의 실리콘 반도체를 대체할 수 있는 대면적의 2차원 반도체 물질의 제조 등에 유용하게 사용될 수 있다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
B01J 6/00 (2013.01)
C01B 21/064 (2013.01)
C01F 7/02 (2013.01)
C01P 2006/40 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

(a) 흑린(black phosphorus) 분말을 이용해 성형체를 제조하는 단계;

(b) 상기 성형체에 방전 플라즈마 소결(spark plasma sintering, SPS)을 실시해 벌크 포스포린 소결체를 제조하는 단계; 및

(c) 상기 벌크 포스포린 소결체를 냉각하는 단계를 포함하는 벌크 포스포린의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 흑린 분말은 평균입경이 0.1 내지 100 ㎛인 것을 특징으로 하는 벌크 포스포린의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 단계 (b)는, 진공 분위기에서 수행되는 것을 특징으로 하는 벌크 포스포린의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 단계 (b)는, 상기 흑린 분말을 10 내지 150 ℃/분의 승온 속도로 소결온도까지 가열한 후, 방전 플라즈마 소결을 수행하는 것을 특징으로 하는 벌크 포스포린의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 단계 (b)는, 100 이상 200 ℃ 미만의 온도 및 300 내지 700 MPa의 압력하에서 0.5 내지 5 분 동안 방전 플라즈마 소결을 수행하는 것을 특징으로 하는 벌크 포스포린의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 단계 (c)는, 10 내지 100 MPa의 압력을 유지하는 조건에서 상기 벌크 포스포린 소결체를 냉각하는 것을 특징으로 하는 벌크 포스포린의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 단계 (c)에서는, 상기 벌크 포스포린 소결체를 냉각한 후, 상기 벌크 포스포린 소결체의 표면에 보호층을 코팅하는 단계를 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 벌크 포스포린의 제조방법.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 보호층은 질화붕소, 알루미나 또는 이들의 혼합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 벌크 포스포린의 제조방법.

청구항 9

제7항에 있어서,

상기 보호층은 0.1 내지 1 ㎛의 두께로 형성시키는 것을 특징으로 하는 벌크 포스포린의 제조방법.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 기재된 방법에 의해 제조된 벌크 포스포린.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 방전플라즈마 소결 공정을 이용하여 벌크 포스포린을 제조하는 방법과 이에 의해 제조된 벌크 포스포린에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 포스포린(phosphorene)은, 인(P) 원자로 이루어진 2차원 평면구조의 나노물질로서, 탄소(C)로 이루어진 그래핀(graphene)과 유사한 육각 벌집 형태의 원자 배열을 이루고, 높은 이동도와 직접 밴드갭을 가지며, 지그재그(zigzag)와 암체어(armchair) 방향에 따라 특이한 전류-전압곡선을 보이는 물질로 알려져 있다.

[0003] 한편, 그래핀은 높은 전기 전도도를 가지고 있고 반도체로 주로 사용되는 실리콘보다 100배 이상 전자 이동도가 빠르며 강도 또한 강철보다 100배 강하고, 열전도성이 우수하여 그래핀에 대한 많은 연구가 진행되었으나, 가전자대(valence band)와 전도대(conduction band) 사이의 직접 전자 밴드갭이 부족한 닫힌 띠 구조를 가져 전류의 흐름을 제어하기 힘든 물질 자체의 한계를 가지고 있다.

[0004] 상기한 그래핀과는 달리 포스포린은 규칙적인 주름이 형성되어 있어 외부압력이나 전기장을 이용해 물성 제어가 쉽고, 두께를 조절하는 방법으로 띠 간격을 폭넓게 변환시킬 수 있어 가시광선에서 근적외선까지 폭넓은 파장 범위에서도 작동이 가능한 장점을 가지기 때문에, 2차원 물질을 기반으로 하는 초소형 전자소자 등의 제조를 위한 새로운 2차원 반도체 물질로 포스포린에 대한 관심이 증가하고 있다.

[0005] 이와 같은 포스포린은 인(P)에 고온/고압이 가해져 형성되는 흑린(黑燐, black phosphorus) 표면으로부터 몇 개 층을 박리하여 얻을 수 있다.

[0006] 예를 들어, 흑연 표면을 기계적으로 박리해 그래핀을 얻는 것처럼 물리적인 방법(mechanical exfoliation, tapping method)을 이용해 흑린으로부터 포스포린을 박리해 제조하는 방법, 또는 흑린 포함 용액에 초음파를 조사해 흑린을 단원자 층으로 박리시켜 포스포린을 제조하는 방법 등이 널리 알려져 있다.

[0007] 상기와 같이 포스포린의 제조에 사용되는 원료 물질인 흑린은 실리콘(Si) 처럼 매우 흔한 물질이고, 포스포린에 대해서 기존 실리콘 반도체 공정을 그대로 사용할 수 있다는 장점이 있다.

[0008] 하지만, 상기와 같은 장점에도 불구하고 포스포린을 반도체 소재로서 상용화하기 위해서는, 반도체 양산에 사용할 수 있도록 흑린이나 포스포린을 대면적으로 만들 수 있는 방안에 대한 해결이 먼저 선행되어야 한다.

선행기술문헌

특허문헌

[0009] (특허문헌 0001) 한국등록특허 제10-1522350호 (공개일 : 2015.05.26)

(특허문헌 0002) 한국등록특허 제10-0788487호 (공개일 : 2007.12.24)

비특허문헌

[0010] (비특허문헌 0001) 해외논문 (Marianne Kopf, Nadine Eckstein, Daniela Pfister, Carolin Grotz, Ilona Kruger, Magnus Greiwe, Thomas Hansen, Holger Kohlmann, Tom Nilges, Access and in situ growth of phosphorene-precursor black phosphorus., Journal of Crystal Growth., Volume 405, 1 November 2014,

Pages 6-10)

(비특허문헌 0002) 해외논문(Wanglin Lu, Haiyan Nan, Jinhua Hong, Yuming Chen, Chen Zhu, Zheng Liang, Xiangyang Ma, Zhenhua Ni, Chuanhong Jin, Ze Zhang, Plasma-assisted fabrication of monolayer phosphorene and its Raman characterization., Materials Science Nano Research, 2014 arXiv:1404.0742 [cond-mat.mtrl-sci])

발명의 내용

해결하려는 과제

[0011] 본 발명은 상기한 바와 같은 종래기술의 문제점을 해결하기 위해 안출된 것으로서, 실리콘, 그래핀 등의 기존 반도체 소재를 효과적으로 대체할 수 있는 차세대 포스포린 소재의 양산에 적합한 벌크화된 포스포린을 제조할 수 있는 방법에 관한 기술 내용을 제공하고자 하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0012] 상기한 바와 같은 기술적 과제를 달성하기 위해서 본 발명은, (a) 흑린(black phosphorus) 분말을 이용해 성형체를 제조하는 단계; (b) 상기 성형체에 방전 플라즈마 소결(spark plasma sintering, SPS)을 실시해 벌크 포스포린 소결체를 제조하는 단계; 및 (c) 상기 벌크 포스포린 소결체를 냉각하는 단계를 포함하는 벌크 포스포린의 제조방법을 제공한다.

[0013] 또한, 상기 흑린 분말은 평균입경이 0.1 내지 100 ㎛인 것을 특징으로 한다.

[0014] 또한, 상기 단계 (b)는, 진공 분위기에서 수행되는 것을 특징으로 한다.

[0015] 또한, 상기 단계 (b)는, 상기 흑린 분말을 10 내지 150 ℃/분의 승온 속도로 소결온도까지 가열한 후, 방전 플라즈마 소결을 수행하는 것을 특징으로 한다.

[0016] 또한, 상기 단계 (b)는, 100 이상 200 ℃ 미만의 온도 및 300 내지 700 MPa의 압력하에서 0.5 내지 5분 동안 방전 플라즈마 소결을 수행하는 것을 특징으로 한다.

[0017] 또한, 상기 단계 (c)는, 10 내지 100 MPa의 압력을 유지하는 조건에서 상기 벌크 포스포린 소결체를 냉각하는 것을 특징으로 한다.

[0018] 또한, 상기 단계 (c)에서는, 상기 벌크 포스포린 소결체를 냉각한 후, 상기 벌크 포스포린 소결체의 표면에 보호층을 코팅하는 단계를 추가로 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0019] 또한, 상기 보호층은 질화붕소, 알루미나 또는 이들의 혼합물을 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0020] 또한, 상기 보호층은 0.1 내지 1 ㎛의 두께로 형성시키는 것을 특징으로 한다.

[0021] 또한, 본 발명은 상기에 기재된 방법에 의해 제조된 벌크 포스포린을 제공한다.

발명의 효과

[0022] 본 발명에 따른 벌크 포스포린의 제조방법에 의하면, 방전 플라즈마 소결(spark plasma sintering, SPS) 공정을 이용해 단시간에 손쉽게 고밀도의 균질한 벌크 포스포린을 제조할 수 있다.

[0023] 또한, 상기 제조방법에 의해 제조된 벌크 포스포린은 대기 중에서 산화가 진행되어도 전기적 특성이 저하되지 않아 기존의 실리콘 반도체를 대체할 수 있는 대면적의 2차원 반도체 물질의 제조 등에 유용하게 사용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0024] 도 1은 본 발명에 따른 벌크 포스포린의 제조방법의 각 단계를 나타낸 공정도이다.

도 2는 실시예에 따른 방법에 의해 제조한 벌크 포스포린 소결체를 촬영한 실제 이미지이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0025] 본 발명을 설명함에 있어서 관련된 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명을 생략할 것이다.

[0026] 본 발명의 개념에 따른 실시예는 다양한 변경을 가할 수 있고 여러 가지 형태를 가질 수 있으므로 특정 실시예들을 도면에 예시하고 본 명세서 또는 출원에 상세하게 설명하고자 한다. 그러나 이는 본 발명의 개념에 따른 실시 예를 특정한 개시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변경, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.

[0027] 본 명세서에서 사용한 용어는 단지 특정한 실시예를 설명하기 위해 사용된 것으로, 본 발명을 한정하려는 의도가 아니다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. 본 명세서에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 설시된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부분품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부분품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.

[0028] 이하, 본 발명을 상세히 설명하도록 한다.

[0029] 본 발명은, (a) 흑린(black phosphorus) 분말을 이용해 성형체를 제조하는 단계; (b) 상기 성형체에 방전 플라즈마 소결(spark plasma sintering, SPS)을 실시해 벌크 포스포린 소결체를 제조하는 단계; 및 (c) 상기 벌크 포스포린 소결체를 냉각하는 단계를 포함하는 벌크 포스포린의 제조방법을 제공한다(도 1).

[0030] 본 발명에 따른 벌크 포스포린의 제조방법에서, 상기 방전 플라즈마 소결(SPS) 공정은 플라즈마를 이용하여 단시간에 목적하는 재료를 소결하는 것이 가능한 기술로써, 포스포린 분말의 입자간극에 직접 펄스(pulse)상의 전기에너지를 투입하여, 불꽃 방전에 의해 순식간에 발생하는 방전 플라즈마의 고에너지를 열확산, 전기장의 작용 등으로, 포스포린 분말을 효과적으로 소결하여 단시간에 치밀한 벌크 포스포린을 제조할 수 있다.

[0031] 본 발명에서는 상기 방전 플라즈마 소결 공정을 위해, 예를 들어, 상부전극 및 하부전극이 구비되어 전류를 공급하여 방전 플라즈마를 발생시켜 포스포린 분말을 소결할 수 있는 몰드를 수용하는 공간을 형성하는 챔버, 냉각수를 유통시켜 상기 챔버를 냉각할 수 있는 냉각부, 상기 상부전극 및 하부전극에 전류를 공급하는 전류공급부, 상기 챔버에 온도를 검출할 수 있는 온도감지부, 상기 챔버 내부에 내기를 외부로 배출할 수 있는 펌프, 상기 챔버 내부에 압력을 공급할 수 있는 압력공급부, 상기 온도감지부가 감지하는 온도에 따라 방전 플라즈마 소결 공정의 온도를 제어하는 제어부 및 상기 제어부를 조절할 수 있는 조작부를 구비한 방전 플라즈마 소결장치를 이용하여 방전 플라즈마 소결 공정을 수행할 수 있다.

[0032] 이하, 각 단계를 상세히 설명하도록 한다.

[0033] 상기 단계 (a)는, 흑린(black phosphorus) 분말을 이용해 성형체를 제조하는단계이다.

[0034] 본 단계는 분말을 성형체로 제조하는 공지된 다양한 방법을 이용해 흑린 분말을 성형하여 성형체를 제조할 수 있다.

[0035] 예를 들면, 상기 흑린 분말을 방전 플라즈마 소결(spark plasma sintering) 장치의 챔버에 구비되는 몰드에 충진하는 과정을 통해 성형체를 제조할 수 있다. 보다 구체적으로는, 상기 몰드에 흑린 분말을 공급하고, 상기 몰드에 1축 압축을 실시하여 후술할 단계에서 제조되는 벌크 포스포린을 원하는 형태로 성형할 수 있으다. 이때, 가압 압력을 조절하여 제조되는 벌크 포스포린의 밀도를 조절할 수 있다.

[0036] 상기 몰드는 봉상 또는 판상의 다양한 형상으로 구비될 수 있으며, 후술할 방전 플라즈마 소결 공정에서 불순물로 작용될 수 없도록, 고온에서도 안정한 소재로 이루어진 몰드를 사용할 수 있다.

[0037] 상기 흑린 분말은 입자 크기가 벌크 포스포린의 밀도, 기계적 특성 등에 영향을 미칠 수 있어, 이를 고려하여 흑린 분말의 입자 크기를 선택하는 것이 바람직하며, 본 단계에서는 상기 흑린 분말을 방전 플라즈마 소결으로 효과적으로 소결하여 벌크 포스포린을 제조할 수 있도록 상기 흑린 분말은 평균입경이 0.1 내지 100 ㎛인 것을 사용할 수 있다. 상기 흑린 분말의 평균입경이 0.1 ㎛ 미만인 경우에는, 상기 흑린 분말이 소결 공정 중에 응집되기 쉽고, 상기 흑린 분말의 평균입경이 100 ㎛를 초과하는 경우에는, 흑린 분말의 고온 크립특성이 저하되어 불균일한 구조의 벌크 포스포린이 형성될 수 있어, 상기의 범위로 평균입경을 가지는 흑린 분말을 사용하는 것이 바람직하다.

[0038] 상기 흑린 분말은 다양한 방법에 의해 제조된 것을 사용할 수 있으며, 적린을 고에너지 기계적밀링(high-energy mechanical milling, HEMM)하여 제조한 흑린(black phosphorus from red phosphorus)이나, 백린(white

phosphorus)을 12,000 kg/cm^{2}의 압력으로 200 ℃로 가열하여 제조한 흑린(black phosphorus from white phosphorus) 분말 등을 제한받지 않고 사용할 수 있다.

[0039] 상기 단계 (b)는, 상기 성형체에 방전 플라즈마 소결(spark plasma sintering, SPS)을 실시해 벌크 포스포린 소결체를 제조하는 단계이다.

[0040] 상기한 방전 플라즈마 소결 장치에 장입된 흑린 분말은 상부 및 하부 전극을 통해 인가되는 전류에 의해 흑린 분말의 입자간의 틈새에 펄스상의 전류가 유입되고, 불꽃방전 현상에 의하여 순간적으로 발생하는 방전 플라즈마의 높은 에너지에 의한 열확산 및 전계 확산과 몰드의 전기저항에 의한 발열 및 가압력과 전기적 에너지에 의해 소결되어 벌크 포스포린 소결체를 형성시킬 수 있다.

[0041] 본 단계에서는 상기 흑린 분말을 방전 플라즈마 소결하기 위해서, 상기 방전 플라즈마 장치에 구비된 펌프를 이용하여 챔버의 내부가 진공 상태가 될 때까지, 배기하여 감압시킴으로써, 챔버 내에 존재하는 가스 상의 불순물을 제거하고, 산화를 방지하도록 구성하여 방전 플라즈마 공정을 수행할 수 있다.

[0042] 또한, 상기 흑린 분말을 10 내지 150 ℃/분의 승온 속도로 소결 온도까지 가열하여 상기 흑린 분말을 선예열한 후, 방전 플라즈마 소결을 수행할 수 있고, 상기와 같은 승온속도로 흑린 분말을 선예열하여, 방전 플라즈마 소결 공정을 통해 흑린 분말의 내부 및 외부에 균일한 온도가 공급됨으로 인해 균일한 구조의 벌크 포스포린 소결체를 형성시킬 수 있다.

[0043] 또한, 상기 방전 플라즈마 소결 공정은 승온 속도를 조절하여 벌크 포스포린 입자의 성장을 억제할 수 있어 제조되는 벌크 포스포린 소결체의 크기를 제어할 수 있다.

[0044] 상기한 방전 플라즈마 소결 공정은 바람직하게는, 100 이상 200 ℃ 미만의 온도 및 300 내지 700 MPa의 압력하에서 0.5 내지 5분 동안 수행하도록 구성하여 벌크 포스포린을 제조할 수 있다. 이때, 방전 플라즈마 소결온도가 100 ℃ 미만일 경우, 저밀도를 가지는 소결체가 제조되며, 방전 플라즈마 소결 온도가 200 ℃ 이상일 경우 소결체의 결정립이 급성장하여 기계적 특성이 저하될 수 있다. 또한, 0.5 분 미만으로 방전 플라즈마 소결 공정을 수행할 경우, 불완전한 소결로 인해 충분한 소결 효과를 기대하기 어렵고, 소결 시간이 5 분을 초과하는 경우, 에너지의 소모가 증가해 비경제적일 뿐만 아니라, 소결에 의한 치밀화 효과를 더 이상 기대하기 어렵다.

[0045] 아울러, 상기 방전 플라즈마 소결 공정은 300 내지 700 MPa의 압력하에서 수행하도록 구성하여 흑린 분말을 가압하여 성형체를 제조하며, 300 MPa 미만의 압력하에서는 고밀도의 벌크 포스포린 소결체를 얻기 힘들고, 700 MPa를 초과하는 압력하에서는 압력이 높아 벌크 포스포린 소결체에 균열이 발생할 수 있어 상기한 조건으로 방전 플라즈마 소결 공정을 수행할 수 있다.

[0046] 보다 바람직하게는 100 ℃의 온도 및 500 MPa의 압력하에서 1분 동안 방전 플라즈마 소결 공정을 수행하여 치밀한 구조의 벌크 포스포린을 제조할 수 있다.

[0047] 상기 단계 (c)는, 상기 벌크 포스포린 소결체를 냉각하는 단계로서 이를 통해 최종적으로 본 발명에 따른 벌크 포스포린을 수득할 수 있다.

[0048] 본 단계에서는 10 내지 100 MPa의 압력을 유지하는 조건에서 상기 벌크 포스포린 소결체를 냉각하도록 구성하여 상기 벌크 포스포린 소결체의 표면 및 내부에 형성되는 기공 또는 크랙 등의 형성을 억제하고 매끈한 구조의 벌크 포스포린을 형성시킬 수 있다.

[0049] 나아가, 상기한 바와 같은 벌크 포스포린 소결체는, 대기 중에 일정 시간 노출되어 표면 산화가 일어나더라도 전기전도도 등의 전기적 특성에 변화가 크지 않으나, 장기간 보관에 따른 물성 저하 방지를 위해서 벌크 포스포린 소결체의 표면에 보호층을 코팅하는 단계를 추가로 포함하도록 구성할 수 있다.

[0050] 상기 보호층은 산소에 노출되어도 안정하며, 벌크 포스포린의 전기적 특성저하를 유발하지 않는 다양한 소재를 활용하여 형성시킬 수 있으며, 바람직하게는 질화붕소, 알루미나 또는 이들의 혼합물을 보호층으로 형성시켜, 장기 안정성이 향상된 벌크 포스포린을 제조하도록 구성할 수 있다.

[0051] 이때, 상기 보호층은 0.1 내지 1 ㎛의 두께로 형성시키는 것이 바람직하며, 0.1 ㎛ 미만의 두께로 형성시킨 경우, 산화를 충분히 방지하기 어려우며, 1 ㎛의 두께를 초과하는 경우, 벌크 포스포린의 전기적 특성이 떨어지는 문제점이 발생할 수 있다.

[0052] 상기한 바와 같은, 본 발명에 따른 벌크 포스포린의 제조방법에 의하면, 방전 플라즈마 소결(spark plasma

sintering, SPS) 공정을 이용해 단시간에 손쉽게 고밀도의 균질한 벌크 포스포린을 제조할 수 있다.

[0053] 또한, 상기 제조방법에 의해 제조된 벌크 포스포린은 대기 중에서 산화가 진행되어도 전기적 특성이 저하되지 않아 기존의 실리콘 반도체를 대체할 수 있는 대면적의 2차원 반도체 물질의 제조 등에 유용하게 사용될 수 있다.

[0054] 이하, 본 발명을 실시예를 들어 더욱 상세히 설명하도록 한다.

[0055] 그러나, 본 발명은 아래 기재된 실시예에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화될 수도 있다. 아래 소개되는 실시예는 단지 개시된 내용이 철저하고 완전해질 수 있도록 그리고 당업자에게 본 발명의 사상이 충분히 전달될 수 있도록 하기 위해 제공되는 것이다.

[0056] **<실시예>**

[0057] 평균입경이 1 ㎛인 흑린 분말(Sigma Aldrich corp.)을 판형 몰드(graphite 재질)에 장입하고, 몰드를 방전 플라즈마 소결 장치의 챔버에 장착하였다. 감압펌프를 이용하여 감압시켜 챔버에 압력을 1×10^{-3} torr가 되도록 조절하여 불순물 가스를 제거하고, 20 ℃/분의 승온속도로 흑린 분말을 선예열하였다.

[0058] 또한, 상부 전극 및 하부 전극에 전류를 인가하여 100 ℃의 온도 및 500 MPa의 압력조건하에서 1분 동안 방전 플라즈마 소결 공정을 수행하고, 50 MPa의 압력을 공급하는 조건으로 1축 압축하여 성형하였으며, 상기 챔버의 온도를 50 MPa의 압력을 공급하는 조건하에서 하강시켜 벌크 포스포린 소결체를 수득하였다.

[0059] 제조한 벌크 포스포린 소결체의 전기적 특성을 분석하기 위해, 저항값을 측정한 결과, 전기저항이 30Ω(오차범위 : ± 10%)로 확인되었다.

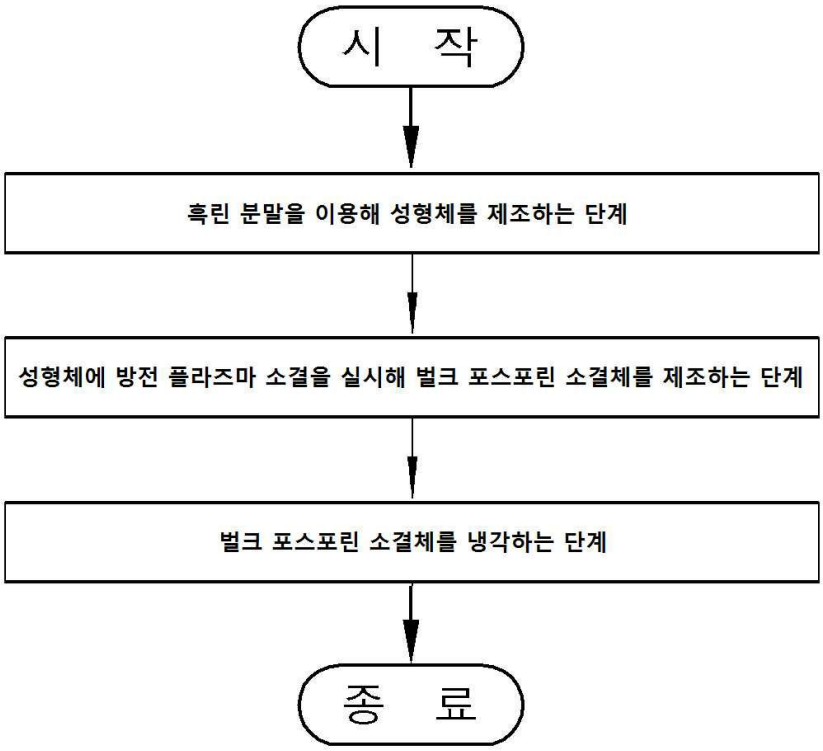
[0060] 제조한 벌크 포스포린 소결체의 결함에 따른 전기적 특성 변화를 측정하기 위해서, 제조한 벌크 포스포린 소결체를 1주일 동안 대기중에 노출시켜 벌크 포스포린 소결체를 산화시켰으며, 산화시킨 벌크 포스포린 소결체의 저항값을 측정하였다.

[0061] 대기중에 1주일간 노출되어 산화가 진행된 벌크 포스포린 소결체의 저항값은 최초 제조한 벌크 포스포린 소결체와 동일한 전기저항인 30Ω(오차범위 : ± 10%)로 확인되었으며, 이러한 결과로부터, 벌크 포스포린이 대기에 노출되어 산화 등에 따른 결함이 생성되어도 결함유무와 상관없이 전기적 특성의 변화가 거의 없다는 사실을 확인할 수 있었다.

[0062] 따라서, 본 발명에 따른 제조방법에 의해 제조된 벌크 포스포린은 기존의 실리콘 반도체를 대체할 수 있는 대면적의 2차원 반도체 물질의 제조 등에 유용하게 사용될 수 있음을 확인할 수 있었다.

도면

도면1


시 작
흑린 분말을 이용해 성형체를 제조하는 단계
성형체에 방전 플라즈마 소결을 실시해 벌크 포스포린 소결체를 제조하는 단계
벌크 포스포린 소결체를 냉각하는 단계
종 료

도면2


30
40
50
STAINLESS STEEL