



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2016-0077237  
(43) 공개일자 2016년07월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C01B 35/08 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2014-0180022

(22) 출원일자 2014년12월15일

심사청구일자 2014년12월15일

(71) 출원인

오씨아이 주식회사

서울특별시 중구 소공로 94 (소공동)

(72) 발명자

정용권

경기 성남시 중원구 사기막골로62번길 61, 오씨아이(주) 중앙연구소 (상대원동)

구재홍

경기 성남시 중원구 사기막골로62번길 61, 오씨아이(주) 중앙연구소 (상대원동)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인 대아

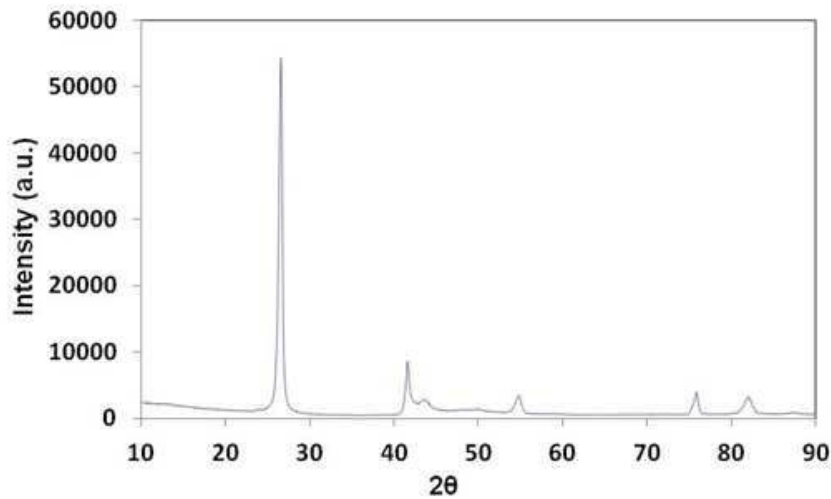
전체 청구항 수 : 총 16 항

(54) 발명의 명칭 질화붕소 응집 분말의 제조방법

**(57) 요약**

본 발명은 (a) 붕산 및 요소를 포함하는 반응물을 10℃ 내지 350℃에서 반응시켜 반응 중간체를 제조하는 단계; (b) 상기 제조된 반응 중간체를 1차 열처리하여 무정형 질화붕소 분말을 제조하는 단계; (c) 상기 제조된 무정형 질화붕소 분말을 10℃ 내지 700℃에서 2차 열처리하여 잔류 탄소를 제거하여 무정형 질화붕소 분말을 응집시키는 단계; 및 (d) 상기 응집된 무정형 질화붕소 분말을 3차 열처리하여 육방정계 질화붕소 응집 분말을 제조하는 단계를 포함하는 질화붕소 응집 분말의 제조방법에 관한 것이다.

**대표도** - 도1



(72) 발명자

**김신아**

경기 성남시 중원구 사기막골로62번길 61, 오씨아이(주) 중앙연구소 (상대원동)

**오현철**

경기 성남시 중원구 사기막골로62번길 61, 오씨아이(주) 중앙연구소 (상대원동)

**지은옥**

경기 성남시 중원구 사기막골로62번길 61, 오씨아이(주) 중앙연구소 (상대원동)

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

- (a) 봉산 및 요소를 포함하는 반응물을 10℃ 내지 350℃에서 반응시켜 반응 중간체를 제조하는 단계;
- (b) 상기 제조된 반응 중간체를 1차 열처리하여 무정형 질화붕소 분말을 제조하는 단계;
- (c) 상기 제조된 무정형 질화붕소 분말을 10℃ 내지 700℃에서 2차 열처리하여 잔류 탄소를 제거하여 무정형 질화붕소 분말을 응집시키는 단계; 및
- (d) 상기 응집된 무정형 질화붕소 분말을 3차 열처리하여 육방정계 질화붕소 응집 분말을 제조하는 단계를 포함하는

질화붕소 응집 분말의 제조방법.

#### 청구항 2

제1항에 있어서,

상기 (a) 단계에서 승온 반응 시작의 온도 범위는 10℃ 내지 50℃이고, 승온 반응 마침의 온도 범위는 100℃ 내지 350℃인

질화붕소 응집 분말의 제조방법.

#### 청구항 3

제1항에 있어서,

상기 (a) 단계에서 반응은 상기 반응물이 고상에서 액상으로 상변화를 거친 후, 액상의 반응물이 반응하여 고상의 반응 중간체를 제조하는 것인

질화붕소 응집 분말의 제조방법.

#### 청구항 4

제1항에 있어서,

상기 (a) 단계에서 반응은 1℃/min 내지 20℃/min의 승온 속도로 승온하는 구간 및 승온 반응 마침의 온도 범위를 유지하는 구간을 포함하는

질화붕소 응집 분말의 제조방법.

#### 청구항 5

제1항에 있어서,

상기 (a) 단계에서 봉산 및 요소의 몰비는 1:2.5 내지 1:5인

질화붕소 응집 분말의 제조방법.

**청구항 6**

제1항에 있어서,

상기 (a) 단계에서 반응 중간체는 암모늄 폴리보레이트, 보론 이미드 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나를 포함하는

질화붕소 응집 분말의 제조방법.

**청구항 7**

제1항에 있어서,

상기 (b) 단계에서 1차 열처리는 10℃ 내지 1200℃에서 수행되는

질화붕소 응집 분말의 제조방법.

**청구항 8**

제1항에 있어서,

상기 (c) 단계에서 2차 열처리는 산화성 분위기 하에 수행되는

질화붕소 응집 분말의 제조방법.

**청구항 9**

제1항에 있어서,

상기 (c) 단계에서 승온 2차 열처리 시작의 온도 범위는 10℃ 내지 50℃이고, 승온 2차 열처리 마침의 온도 범위는 500℃ 내지 700℃인

질화붕소 응집 분말의 제조방법.

**청구항 10**

제1항에 있어서,

상기 (d) 단계에서 3차 열처리는 10℃ 내지 2000℃에서 수행되는

질화붕소 응집 분말의 제조방법.

**청구항 11**

제1항에 있어서,

(e) 상기 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말을 용매에 분산시켜 불순물을 제거하는 단계를 추가로 포함하는

질화붕소 응집 분말의 제조방법.

**청구항 12**

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 따른 방법으로 제조된

육방정계 질화붕소 응집 분말.

**청구항 13**

제11항에 있어서,  
 상기 육방정계 질화붕소 응집 분말의 흑연화 지수(graphitization index)는 1.6 내지 10인  
 육방정계 질화붕소 응집 분말.

**청구항 14**

제11항에 있어서,  
 상기 육방정계 질화붕소 응집 분말의 격자상수(lattic parameter) c는 6.66Å 내지 7.04Å인  
 육방정계 질화붕소 응집 분말.

**청구항 15**

제11항에 있어서,  
 상기 육방정계 질화붕소 응집 분말의 입자 직경은 2 $\mu$ m 내지 10 $\mu$ m인  
 육방정계 질화붕소 응집 분말.

**청구항 16**

제11항에 있어서,  
 상기 육방정계 질화붕소 응집 분말의 밀도는 0.4g/cm<sup>3</sup> 내지 2.2g/cm<sup>3</sup> 인  
 육방정계 질화붕소 응집 분말.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은 육방정계 질화붕소 응집 분말의 제조방법에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002] 육방정계 질화붕소(hexagonal boron nitride)는 2차원 구조를 갖는 물질로서, 붕소 원자와 질소 원자의 육각 배열로 이루어져 있으며, 약 5.9 eV의 큰 밴드갭으로 인해 전기적 절연특성을 가지고, 물리적 및 기계적으로 안정한 물질에 해당한다.

[0003] 육방정계 질화붕소의 결정은 흑연과 유사한 육각방면의 적층 구조를 가져 매우 단단한 결합을 형성하며, 윤활성을 갖는다. 또한 육방정계 질화붕소는 원자 번호가 낮은 원소의 공유결합 물질로서 높은 열전도성을 가지며, 융점을 가지지 않고 약 3,000℃에서 승화되므로 고온에서 높은 안정성을 가지고, 전기 저항이 매우 높아 1,000℃를 넘는 고온 영역에서 105Ω의 저항을 가지며, 매우 안정한 육각면의 결합을 가지므로 높은 화학적 안정성을 가지고, 진비중이 2.26으로서 세라믹 중에서는 매우 낮은 편이므로 항공기, 우주재료 등의 부품 경량화를 유도할 수 있다.

- [0004] 따라서, 육방정계 질화붕소는 연마재, 디스플레이 방열판, 화장품, 반도체 방열판, 이형제, 윤활제, 원자력 발전소의 반응도 조절용, 기타 전자부품용 소재 등으로 널리 사용되고, 친환경적 소재로 인정되어 활용도가 높다.
- [0005] 위와 같은 넓은 산업분야에서 사용되고 있는 육방정계 질화붕소는 입자의 크기는 작게는 수백나노에서 크게는 수십 마이크로까지 다양한 입자크기를 필요로 하나, 합성이 어렵고, 설비관리가 어려운 문제점이 있고, 고비용의 물질이다.
- [0006] 이러한 육방정계 질화붕소의 제조방법으로는 자가연소법, 탄화연소법 등이 있다. 자가연소법은 짧은 시간에 합성이 가능한 장점은 있으나 관리가 필요한 암모니아 가스를 사용하고 장치에 있어 복잡함이 있으며 합성된 분말의 결정성이 저하되는 문제점이 있다. 또한 탄화연소법은 분말의 결정성을 향상시킬 수 있으나 입자의 크기에 제한적으로 작용하는 문제점이 있다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

- [0007] 본 발명은 (a) 붕산 및 요소를 포함하는 반응물을 10℃ 내지 350℃에서 반응시켜 반응 중간체를 제조하는 단계; (b) 상기 제조된 반응 중간체를 1차 열처리하여 무정형 질화붕소 분말을 제조하는 단계; (c) 상기 제조된 무정형 질화붕소 분말을 10℃ 내지 700℃에서 2차 열처리하여 잔류 탄소를 제거하여 무정형 질화붕소 분말을 응집시키는 단계; 및 (d) 상기 응집된 무정형 질화붕소 분말을 3차 열처리하여 육방정계 질화붕소 응집 분말을 제조하는 단계를 포함하는 질화붕소 응집 분말의 제조방법 등을 제공하고자 한다.
- [0008] 그러나, 본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제는 이상에서 언급한 과제에 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

**과제의 해결 수단**

- [0009] 본 발명은 (a) 붕산 및 요소를 포함하는 반응물을 10℃ 내지 350℃에서 반응시켜 반응 중간체를 제조하는 단계; (b) 상기 제조된 반응 중간체를 1차 열처리하여 무정형 질화붕소 분말을 제조하는 단계; (c) 상기 제조된 무정형 질화붕소 분말을 10℃ 내지 700℃에서 2차 열처리하여 잔류 탄소를 제거하여 무정형 질화붕소 분말을 응집시키는 단계; 및 (d) 상기 응집된 무정형 질화붕소 분말을 3차 열처리하여 육방정계 질화붕소 응집 분말을 제조하는 단계를 포함하는 질화붕소 응집 분말의 제조방법을 제공한다.
- [0010] 상기 (a) 단계에서 승온 반응 시작의 온도 범위는 10℃ 내지 50℃이고, 승온 반응 마침의 온도 범위는 100℃ 내지 350℃일 수 있다.
- [0011] 상기 (a) 단계에서 반응은 상기 반응물이 고상에서 액상으로 상변화를 거친 후, 액상의 반응물이 반응하여 고상의 반응 중간체를 제조하는 것일 수 있다.
- [0012] 상기 (a) 단계에서 반응은 1℃/min 내지 20℃/min의 승온 속도로 승온하는 구간 및 승온 반응 마침의 온도 범위를 유지하는 구간을 포함할 수 있다.
- [0013] 상기 (a) 단계에서 붕산 및 요소의 몰비는 1:2.5 내지 1:5일 수 있다.
- [0014] 상기 (a) 단계에서 반응 중간체는 암모늄 폴리보레이트, 보론 이미드 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나를 포함할 수 있다.
- [0015] 상기 (b) 단계에서 1차 열처리는 10℃ 내지 1200℃에서 수행될 수 있다.
- [0016] 상기 (c) 단계에서 2차 열처리는 산화성 분위기 하에 수행될 수 있다.
- [0017] 상기 (c) 단계에서 승온 2차 열처리 시작의 온도 범위는 10℃ 내지 50℃이고, 승온 2차 열처리 마침의 온도 범위는 500℃ 내지 700℃일 수 있다.
- [0018] 상기 (d) 단계에서 3차 열처리는 10℃ 내지 2000℃에서 수행될 수 있다.
- [0019] (e) 상기 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말을 용매에 분산시켜 불순물을 제거하는 단계를 추가로 포함할 수

있다.

- [0020] 본 발명의 일 구현예로, 상기 방법으로 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말을 제공한다.
- [0021] 상기 육방정계 질화붕소 응집 분말의 흑연화 지수(graphitization index)는 1.6 내지 10일 수 있다.
- [0022] 상기 육방정계 질화붕소 응집 분말의 격자상수(lattice parameter) c는 6.66Å 내지 7.04Å일 수 있다.
- [0023] 상기 육방정계 질화붕소 응집 분말의 입자 직경은 2 $\mu$ m 내지 10 $\mu$ m일 수 있다.
- [0024] 상기 육방정계 질화붕소 응집 분말의 밀도는 0.4g/cm<sup>3</sup> 내지 2.2g/cm<sup>3</sup> 일 수 있다.

**발명의 효과**

- [0025] 본 발명에 따른 육방정계 질화붕소 응집 분말의 제조방법은 붕산 및 요소를 포함하는 반응물을 저온에서 반응시켜 반응 중간체를 제조한 후, 1차 열처리하여 무정형 질화붕소 분말을 제조하고, 10℃ 내지 700℃에서 2차 열처리하여 잔류 탄소를 제거하여 무정형 질화붕소 분말을 응집시킨 후, 3차 열처리하여 육방정계 질화붕소 응집 분말을 제조함으로써, 공정의 단순화 및 에너지 소비량의 절감이 가능하다.
- [0026] 이로써, 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말은 흑연화 지수(graphitization index) 및 격자상수(lattice parameter) c 가 크면서도, 등방성(isotrope) 특성을 가질 수 있다.

**도면의 간단한 설명**

- [0027] 도 1은 실시예 1에 따른 방법으로 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말을 X-선 회절분석기(XRD)로 분석한 그래프이다.
- 도 2는 실시예 1에 따른 방법으로 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말의 표면을 주사전자현미경(SEM)으로 관찰하여 나타낸 사진이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0028] 이하, 첨부한 도면을 참고로 하여 본 발명의 실시예에 대하여 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 상세히 설명한다. 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다.
- [0029] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

**육방정계 질화붕소 응집 분말의 제조방법**

- [0030] 본 발명은 (a) 붕산 및 요소를 포함하는 반응물을 10℃ 내지 350℃에서 반응시켜 반응 중간체를 제조하는 단계; (b) 상기 제조된 반응 중간체를 1차 열처리하여 무정형 질화붕소 분말을 제조하는 단계; (c) 상기 제조된 무정형 질화붕소 분말을 10℃ 내지 700℃에서 2차 열처리하여 잔류 탄소를 제거하여 무정형 질화붕소 분말을 응집시키는 단계; 및 (d) 상기 응집된 무정형 질화붕소 분말을 3차 열처리하여 육방정계 질화붕소 응집 분말을 제조하는 단계를 포함하는 질화붕소 응집 분말의 제조방법을 제공한다.
- [0032] 종래 육방정계 질화붕소 응집 분말을 제조하기 위해서는 열처리 후, 질화붕소 분말을 응집시키기 위한 분쇄 및 분급이 필수적으로 포함되었다. 그러나, 질화붕소 분말은 강도가 높아 분쇄가 용이하지 않고, 분쇄 및 분급을 거치는 동안 외부에서 불순물이 유입될 수 있어, 최종적으로 제조되는 육방정계 질화붕소 응집 분말의 순도가 저하되는 문제점이 있었다.
- [0033] 또한, 종래 붕산 및 요소를 반응물로 하여 육방정계 질화붕소 응집 분말을 제조하기 위해서는 첨가제로서 고분자를 첨가하거나, 이산화이붕소(B<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), 삼산화이붕소(B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), 삼산화사붕소(B<sub>4</sub>O<sub>3</sub>) 및 오산화사붕소(B<sub>4</sub>O<sub>5</sub>) 등의 산화

붕소를 첨가함으로써 질화붕소의 응집을 가능하게 할 수 있었다.

- [0034] 이에, 본 발명에서는 질화붕소 분말을 응집시키기 위한 분쇄 및 분급을 생략하고도, 질화붕소 분말을 응집시킨 것에 특징이 있다. 또한, 본 발명에서는 별도의 첨가제를 첨가하지 않고도 질화붕소의 응집을 가능하게 한 것에 특징이 있다. 따라서, 본 발명에 따르면 불순물을 최소화하면서도 공정을 단순화시킬 수 있고, 에너지 소비량의 절감이 가능하다.
- [0035] 먼저, 본 발명에 따른 육방정계 질화붕소 응집 분말의 제조방법은 붕산 및 요소를 포함하는 반응물을 10℃ 내지 350℃에서 반응시켜 반응 중간체를 제조하는 단계[(a) 단계]를 포함한다.
- [0036] 상기와 같이 붕산 및 요소를 포함하는 반응물을 저온에서 반응시켜 반응 중간체를 제조하더라도, 반응 중간체 외에 부반응으로 인한 불순물 형성을 최소화할 수 있다. 상기 반응은 10℃ 내지 350℃의 온도에서 수행되는 것을 특징으로 한다. 이때, 승온 반응 시작의 온도 범위는 10℃ 내지 50℃이고, 승온 반응 마침의 온도 범위는 100℃ 내지 350℃일 수 있다.
- [0037] 상기 승온 반응 시작의 온도 범위는 10℃ 내지 50℃일 수 있는데, 상기 온도 범위의 승온 반응 시작 온도를 유지함으로써, 반응물을 고상으로 유지할 수 있어, 원료의 분해 반응을 억제할 수 있다는 점에서 바람직하다.
- [0038] 또한, 상기 승온 반응 마침의 온도 범위는 100℃ 내지 350℃일 수 있고, 100℃ 내지 200℃인 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 이때, 승온 반응 마침의 온도 범위가 상기 온도 범위 미만인 경우 반응이 원활하게 진행되지 않아 반응 중간체의 제조가 어려운 문제점이 있고, 승온 반응 마침의 온도 범위가 상기 온도 범위를 초과하는 경우, 붕산 및 요소가 분해되어 반응 중간체의 제조가 어려운 문제점이 있다.
- [0039] 상기 승온 반응 마침의 온도 범위에 따라, 반응 중간체가 달라질 수 있다. 상기 승온 반응 마침의 온도 범위가 150℃ 미만인 경우, 하기 반응식 1로 표기되는 반응이 수행될 수 있어, 반응중간체로 암모늄 폴리보레이트가 형성될 수 있다:
- [0040] [반응식 1]
- [0041]  $5\text{H}_3\text{BO}_3 + \text{CO}(\text{NH}_2)_2 \rightarrow \text{NH}_{12}\text{B}_5\text{O}_{12} + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{NH}_3$ .
- [0042] 한편, 상기 승온 반응 마침의 온도 범위가 150℃ 이상인 경우, 하기 반응식 2로 표기되는 반응이 수행될 수 있어, 반응 중간체로 보론 이미드가 형성될 수 있다:
- [0043] [반응식 2]
- [0044]  $4\text{H}_3\text{BO}_3 + 3\text{CO}(\text{NH}_2)_2 \rightarrow 2\text{B}_2(\text{NH})_3 + 9\text{H}_2\text{O} + 3\text{CO}_2$ .
- [0045] 상기 언급한 바와 같이, 상기 반응은 10℃ 내지 350℃의 온도에서 수행되는 것으로, 10℃ 내지 50℃의 온도 범위에서 승온 반응이 시작되어, 100℃ 내지 350℃의 온도 범위에서 승온 반응이 마칠 수 있다.
- [0046] 상기 반응은 상기 반응물이 고상에서 액상으로 상변화를 거친 후, 액상의 반응물이 반응하여 고상의 반응 중간체를 제조하는 것일 수 있다. 이때, 고상에서 액상으로 변화하는 상변화는 용해 반응으로, 고상의 물질이 에너지를 흡수하여 액상의 물질로 변화하는 반응을 말한다.
- [0047] 즉, 반응물이 고상에서 액상으로 상변화를 거친 후, 액상의 반응물이 모두 반응하여 고상의 반응 중간체를 제조함으로써, 반응을 마칠 수 있다. 이때, 상기 반응을 수행하기 위한 시간은 반응물의 양에 따라 좌우될 수 있고, 반응물의 양이 증가할수록 반응을 수행하기 위한 시간이 증가하는 것이 일반적이다.
- [0048] 상기 반응은 일정한 승온 속도로 수행될 수 있고, 승온 속도를 변화시켜 수행될 수 있다.
- [0049] 예를 들어, 상기 반응은 1℃/min 내지 20℃/min의 승온 속도로 승온하는 구간 및 승온 반응 마침의 온도 범위를 유지하는 구간을 포함할 수 있다.
- [0050] 먼저, 상기 반응은 1℃/min 내지 20℃/min의 승온 속도로 수행되는 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 이때, 반응이 1℃/min 미만의 승온 속도에서 수행되는 경우, 승온 속도가 너무 느리기 때문에 붕산이 승온 반응

동안 분해되어 수율이 저하되는 문제점이 있고, 반응이 20℃/min를 초과하는 승온 속도에서 수행되는 경우, 반응물이 담긴 용기의 표면부와 중심부간 온도차가 발생하여 균일하게 반응이 발생될 수 없는 문제점이 있다.

- [0051] 이와 같이 상기 반응은 1℃/min 내지 20℃/min의 승온 속도로 승온한 후, 승온 반응 마침의 온도 범위를 일정 시간 동안 유지함으로써, 반응 중간체를 제조할 수 있다.
- [0052] 본 명세서 내 "비산화성 분위기"라 함은 반응 또는 열처리를 행하는 주위의 대기, 특히 제조된 대기 및 진공 등을 포함한 모든 물질을 의미하는 분위기 중 산소 물질을 제외한 분위기를 말하는 것이다. 일반적으로 기체 상태로 한정된다.
- [0053] 이때, 상기 반응은 비산화성 분위기 하에서 수행될 수 있다. 상기 반응이 산화성 분위기 하에 수행되는 경우, 산소 물질로 인해 반응 중간체가 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>로 산화되는 문제점이 있는바, 상기 반응은 비산화성 분위기 하에서 수행될 수 있다. 구체적으로, 상기 반응은 Ar, He, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub>로 이루어진 균으로부터 선택된 하나 이상의 가스 분위기 하에서 수행되는 것이 바람직하고, NH<sub>3</sub> 가스 분위기 하에서 수행되는 것이 부산물인 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 질화함으로써 육방정계 질화붕소 분말의 최종 수율을 높일 수 있다는 측면에서 더욱 바람직하나, 이에 한정되지 않는다
- [0054] 상기 반응물은 붕산 및 요소를 포함한다.
- [0055] 상기 붕산은 산화붕소가 수화되어 생기는 산소산으로, 붕산으로는 오쏘붕산(H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>), 메타붕산(HBO<sub>2</sub>), 사붕산(H<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>) 등이 있고, 오쏘붕산(H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>)인 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 이때, 오쏘붕산(H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>)은 무색 투명하거나 흰색 광택을 가진 인편상의 결정으로, 냄새는 없으며 특유한 맛이 약간 난다. 녹는점은 184~186℃이고, 비중은 1.49이며, 100g의 물에 3.992g(20℃), 2.66g(10℃) 녹는다.
- [0056] 또한, 상기 요소는 유레아(Urea), 카바마이드(Carbamide), 다이아미아노메탄알(Diaminomethanal)이라고도 하며, CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>로 표기된다. 색이나 냄새가 없고 기둥 모양의 결정을 만드는 물질이며, 중량평균분자량이 60.047이고, 녹는점이 132.7℃(1atm)이며, 비중이 1.335이다. 극성이 강한 물질이어서 물과 알코올에는 잘 녹지만 에테르에는 녹지 않는다.
- [0057] 상기 붕산 및 요소의 몰비는 1:2.5 내지 1:5인 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 이때, 붕산 및 요소의 몰비가 1:2.5 미만인 경우, 요소의 양이 충분치 않아, 잔류 탄소가 생성물 내에 존재 하지 않아, 응집 분말을 제조 할 수 없는 문제점이 있고, 붕산 및 요소의 몰비가 1:5를 초과하는 경우, 과도한 요소의 존재로 인하여 필요 이상의 요소가 사용되어 제조 비용이 증가하고, 미반응 요소를 제거하는 공정이 추가되어 장치가 복잡해지는 문제점이 있다.
- [0058] 상기 반응 중간체는 암모늄 폴리보레이트, 보론 이미드 및 이들의 조합으로 이루어진 균으로부터 선택된 하나를 포함하는 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다.
- [0059] 상기 암모늄 폴리보레이트라 함은 암모늄 양이온과 폴리보레이트 음이온으로 구성된 것으로, 폴리보레이트 음이온으로는 헥사보레이트, 펜타보레이트, 테트라보레이트 등이 있다. 이와 같은 암모늄 폴리보레이트 중 NH<sub>12</sub>B<sub>5</sub>O<sub>12</sub>로 표기되는 암모늄 펜타보레이트일 수 있는데, 암모늄 펜타보레이트는 반응 중간체로서 결정 구조를 갖는 특징이 있다.
- [0060] 이와 같은 반응 중간체로 암모늄 펜타보레이트를 제조하기 위해서는 상기 승온 반응 마침의 온도 범위를 150℃ 미만으로 유지함으로써, 하기 반응식 1로 표기되는 반응에 의할 수 있다:
- [0061] [반응식 1]
- [0062]  $5H_3BO_3 + CO(NH_2)_2 \rightarrow NH_{12}B_5O_{12} + CO_2 + H_2O + NH_3$ .
- [0063] 또한, 상기 보론 이미드는 B<sub>2</sub>(NH)<sub>3</sub>로 표기될 수 있는데, 보론 이미드는 반응 중간체로서 무정형인 특징이 있다.

- [0064] 이와 같은 반응 중간체로 보론 이미드를 제조하기 위해서는 상기 승온 반응 마침의 온도 범위를 150℃를 초과하여 유지함으로써, 하기 반응식 2로 표기되는 반응에 의할 수 있다:
- [0065] [반응식 2]
- [0066]  $4H_3BO_3 + 3CO(NH_2)_2 \rightarrow 2B_2(NH)_3 + 9H_2O + 3CO_2$ .
- [0067] 다음으로, 본 발명에 따른 육방정계 질화붕소 응집 분말의 제조방법은 상기 제조된 반응 중간체를 1차 열처리하여 무정형 질화붕소 분말을 제조하는 단계[(b) 단계]를 포함한다.
- [0068] 상기 1차 열처리는 반응 중간체로부터 무정형 질화붕소 분말을 제조하기 위한 것으로, 이러한 1차 열처리를 통해 무정형 질화붕소 분말을 제조할 수 있어, 제조된 무정형 질화붕소는 응집을 위한 반응물로서 작용한다.
- [0069] 상기 1차 열처리는 10℃ 내지 1200℃에서 수행될 수 있다. 이때, 승온 1차 열처리 시작의 온도 범위는 10℃ 내지 50℃이고, 승온 1차 열처리 마침의 온도 범위는 400℃ 내지 1200℃일 수 있다.
- [0070] 상기 승온 1차 열처리 시작의 온도 범위는 10℃ 내지 50℃일 수 있는데, 상기 온도 범위로 승온 1차 열처리 시작 온도를 유지함으로써, 시료 내 온도 구배 없이 균일하게 열처리 할 수 있다는 점에서 바람직하다.
- [0071] 또한, 상기 승온 1차 열처리 마침의 온도 범위는 400℃ 내지 2000℃일 수 있고, 1400℃ 내지 1600℃인 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 이때, 승온 1차 열처리 마침의 온도 범위가 상기 온도 범위 미만인 경우 무정형 질화붕소 분말이 제조되지 않는 문제점이 있고, 승온 1차 열처리 마침의 온도 범위가 상기 온도 범위를 초과하는 경우, 필요 이상의 온도로 인하여 에너지 사용량이 증가하는 문제점이 있다.
- [0072] 상기 1차 열처리는 일정한 승온 속도로 수행될 수 있고, 승온 속도를 변화시켜 수행될 수 있다.
- [0073] 예를 들어, 상기 1차 열처리는 1℃/min 내지 20℃/min의 승온 속도로 승온하는 구간 및 승온 1차 열처리 마침의 온도 범위를 유지하는 구간을 포함할 수 있다.
- [0074] 먼저, 상기 1차 열처리는 1℃/min 내지 20℃/min의 승온 속도로 수행되는 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 이때, 1차 열처리가 1℃/min 미만의 승온 속도에서 수행되는 경우, 승온 속도가 너무 느리기 때문에 열처리 시간이 증가하여 불필요한 에너지 소비로 인해 공정 비용이 증가하는 문제점이 있고, 1차 열처리가 20℃/min를 초과하는 승온 속도에서 수행되는 경우, 승온 속도가 너무 빨라 시료 표면과 내부의 온도 구배가 발생하여 균일하게 열처리 되지 않는 문제점이 있다.
- [0075] 이와 같이 상기 1차 열처리는 1℃/min 내지 20℃/min의 승온 속도로 승온한 후, 승온 1차 열처리 마침의 온도 범위를 일정 시간 동안 유지함으로써, 무정형 질화붕소 분말을 제조할 수 있다.
- [0076] 이때, 상기 1차 열처리는 상기 반응과 마찬가지로, 비산화성 분위기 하에서 수행될 수 있다. 상기 1차 열처리가 산화성 분위기 하에 수행되는 경우, 산소 물질로 인해 질화붕소가 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>로 산화되는 문제점이 있는바, 상기 1차 열처리는 비산화성 분위기 하에서 수행될 수 있다. 구체적으로, 상기 1차 열처리는 Ar, He, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub>로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 가스 분위기 하에서 수행되는 것이 바람직하고, N<sub>2</sub> 가스 분위기 하에서 수행되는 것이 더욱 바람직하나, 이에 한정되지 않는다
- [0077] 이때, 상기 열처리를 수행하기 위한 시간은 반응 중간체의 양에 따라 좌우될 수 있고, 반응 중간체의 양이 증가할수록 열처리를 수행하기 위한 시간이 증가하는 것이 일반적이다.
- [0078] 다음으로, 본 발명에 따른 육방정계 질화붕소 응집 분말의 제조방법은 상기 제조된 무정형 질화붕소 분말을 10℃ 내지 700℃에서 2차 열처리하여 잔류 탄소를 제거하여 무정형 질화붕소 분말을 응집시키는 단계[(c) 단계]를 포함한다.
- [0079] 상기 2차 열처리는 무정형 질화붕소 분말로부터 잔류 탄소를 제거하여 무정형 질화붕소 분말을 응집시키기 위한 것이다. 이러한 2차 열처리를 통해 무정형 질화붕소 분말들끼리 뭉쳐서 무정형 질화붕소 분말 덩어리를 형성한

다.

- [0080] 상기 2차 열처리는 10℃ 내지 700℃의 온도에서 수행될 수 있다. 이때, 승온 2차 열처리 시작의 온도 범위는 10℃ 내지 50℃이고, 승온 2차 열처리 마침의 온도 범위는 500℃ 내지 700℃일 수 있다.
- [0081] 상기 승온 2차 열처리 시작의 온도 범위는 10℃ 내지 50℃일 수 있는데, 상기 온도 범위로 승온 2차 열처리 시작 온도를 유지함으로써, 시료 내 온도 구배 없이 균일하게 열처리 할 수 있다는 점에서 바람직하다.
- [0082] 또한, 상기 승온 2차 열처리 마침의 온도 범위는 500℃ 내지 700℃인 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 이때, 승온 2차 열처리 마침의 온도 범위가 상기 온도 범위 미만인 경우 잔류 탄소가 제대로 제거되지 않는 문제점이 있고, 승온 2차 열처리 마침의 온도 범위가 상기 온도 범위를 초과하는 경우, 무정형 질화붕소 분말이 산화되어 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 생성되는 문제점이 있다.
- [0083] 상기 2차 열처리는 일정한 승온 속도로 수행될 수 있고, 승온 속도를 변화시켜 수행될 수 있다.
- [0084] 예를 들어, 상기 2차 열처리는 1℃/min 내지 20℃/min의 승온 속도로 승온하는 구간 및 승온 2차 열처리 마침의 온도 범위를 유지하는 구간을 포함할 수 있다.
- [0085] 먼저, 상기 2차 열처리는 1℃/min 내지 20℃/min의 승온 속도로 수행되는 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 이때, 2차 열처리가 1℃/min 미만의 승온 속도에서 수행되는 경우, 승온 속도가 너무 느리기 때문에 열처리 시간이 증가하여 불필요한 에너지 소비로 인해 공정 비용이 증가하는 문제점이 있고, 2차 열처리가 20℃/min를 초과하는 승온 속도에서 수행되는 경우, 승온 속도가 너무 빨라 시료 표면과 내부의 온도 구배가 발생하여 균일하게 열처리 되지 않는 문제점이 있다.
- [0086] 이와 같이 상기 2차 열처리는 1℃/min 내지 20℃/min의 승온 속도로 승온한 후, 승온 2차 열처리 마침의 온도 범위를 일정 시간 동안 유지함으로써, 잔류 탄소를 제거하여 무정형 질화붕소 분말을 응집시킬 수 있다.
- [0087] 본 명세서 내 "산화성 분위기" 함은 열처리를 행하는 주위의 대기, 특히 제조된 대기 및 진공 등을 포함한 모든 물질을 의미하는 분위기 중 산소 물질을 포함한 분위기를 말하는 것이다. 일반적으로 기체 상태로 한정된다.
- [0088] 이때, 상기 2차 열처리는 산화성 분위기 하에 수행될 수 있다. 상기 2차 열처리는 산화성 분위기 하에 수행됨으로써, 잔류 탄소를 CO<sub>2</sub>로 산화시켜 효과적으로 제거할 수 있는 이점이 있다. 구체적으로, 상기 2차 열처리는 O<sub>2</sub>, O<sub>3</sub>, NO 및 N<sub>2</sub>O로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 가스 분위기 하에 수행되는 것이 바람직하고, O<sub>2</sub> 가스 분위기 하에서 수행되는 것이 사용 가스의 안전성 측면에서 더욱 바람직하나, 이에 한정되지 않는다.
- [0089] 이때, 상기 2차 열처리를 수행하기 위한 시간은 무정형 질화붕소 분말의 양에 따라 좌우될 수 있고, 무정형 질화붕소 분말의 양이 증가할수록 2차 열처리를 수행하기 위한 시간이 증가하는 것이 일반적이다. 통상적으로, CO<sub>2</sub>와 같은 잔류탄소에 의해 제거되는 가스가 더 이상 발생하지 않는 시점을 상기 2차 열처리의 마침 시점으로 본다.
- [0090] 다음으로, 본 발명에 따른 육방정계 질화붕소 응집 분말의 제조방법은 상기 응집된 무정형 질화붕소 분말을 3차 열처리하여 육방정계 질화붕소 응집 분말을 제조하는 단계[(d) 단계]를 포함한다.
- [0091] 상기 3차 열처리는 응집된 무정형 질화붕소 분말을 육방정계 질화붕소 응집 분말로 결정화시키기 위한 것이다.
- [0092] 상기 3차 열처리는 10℃ 내지 2000℃의 온도에서 수행될 수 있다. 이때, 승온 3차 열처리 시작의 온도 범위는 10℃ 내지 50℃이고, 승온 3차 열처리 마침의 온도 범위는 1200℃ 내지 2000℃일 수 있다.
- [0093] 상기 승온 3차 열처리 시작의 온도 범위는 10℃ 내지 50℃일 수 있는데, 상기 온도 범위로 승온 3차 열처리 시작 온도를 유지함으로써, 시료 내 온도 구배 없이 균일하게 열처리 할 수 있다는 점에서 바람직하다.
- [0094] 또한, 상기 승온 3차 열처리 마침의 온도 범위는 1200℃ 내지 2000℃일 수 있고, 1400℃ 내지 1600℃인 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 이때, 승온 3차 열처리 마침의 온도 범위가 상기 온도 범위 미만인 경우 열처

리가 제대로 이루어지지 않는 문제점이 있고, 승온 3차 열처리 마침의 온도 범위가 상기 온도 범위를 초과하는 경우, 붕소(B) 및 질소(N<sub>2</sub>)로 분해되는 문제점이 있다.

- [0095] 상기 3차 열처리는 일정한 승온 속도로 수행될 수 있고, 승온 속도를 변화시켜 수행될 수 있다.
- [0096] 예를 들어, 상기 3차 열처리는 1℃/min 내지 20℃/min의 승온 속도로 승온하는 구간 및 승온 3차 열처리 마침의 온도 범위를 유지하는 구간을 포함할 수 있다.
- [0097] 먼저, 상기 3차 열처리는 1℃/min 내지 20℃/min의 승온 속도로 수행되는 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 이때, 3차 열처리가 1℃/min 미만의 승온 속도에서 수행되는 경우, 승온 속도가 너무 느리기 때문에 열처리 시간이 증가하여 불필요한 에너지 소비로 인해 공정 비용이 증가하는 문제점이 있고, 3차 열처리가 20℃/min를 초과하는 승온 속도에서 수행되는 경우, 승온 속도가 너무 빨라 시료 표면과 내부의 온도 구배가 발생하여 균일하게 열처리 되지 않는 문제점이 있다.
- [0098] 이와 같이 상기 3차 열처리는 1℃/min 내지 20℃/min의 승온 속도로 승온한 후, 승온 3차 열처리 마침의 온도 범위를 일정 시간 동안 유지함으로써, 육방정계 질화붕소 응집 분말을 제조할 수 있다.
- [0099] 이때, 상기 3차 열처리는 상기 반응과 마찬가지로, 비산화성 분위기 하에서 수행될 수 있다. 상기 3차 열처리가 산화성 분위기 하에 수행되는 경우, 산소 물질로 인해 질화붕소가 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>로 산화되는 문제점이 있는바, 상기 3차 열처리는 비산화성 분위기 하에서 수행될 수 있다. 구체적으로, 상기 3차 열처리는 Ar, He, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub>로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 가스 분위기 하에서 수행되는 것이 바람직하고, N<sub>2</sub> 가스 분위기 하에서 수행되는 것이 부산물인 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 질화함으로써 육방정계 질화붕소 응집 분말의 최종 수율을 높일 수 있다는 측면에서 더욱 바람직하나, 이에 한정되지 않는다
- [0100] 이때, 상기 3차 열처리를 수행하기 위한 시간은 응집된 무정형 질화붕소 분말의 양에 따라 좌우될 수 있고, 응집된 무정형 질화붕소 분말의 양이 증가할수록 열처리를 수행하기 위한 시간이 증가하는 것이 일반적이다. 통상적으로, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O 및 NH<sub>3</sub>와 같은 기상 불순물이 더 이상 발생하지 않는 시점을 상기 3차 열처리의 최종 마침 시점으로 본다.
- [0101] 추가적으로, 본 발명에 따른 질화붕소 응집 분말의 제조방법은 상기 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말을 용매에 분산시켜 불순물을 제거하는 단계[(e) 단계]를 포함할 수 있다.
- [0102] 상기 용매는 제조된 육방정계 질화 붕소 응집 분말 외에 불순물을 제거하기 위한 세정 용액으로 사용된다. 상기 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말을 상기 용매에 분산시킴으로써, 상기 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말 외에 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 등의 불순물을 용해시킴으로써 제거할 수 있다.
- [0103] 구체적으로, 상기 용매로는 물, 알코올 또는 산성용액이 사용될 수 있으며, 물은 용해된 이온이 모두 제거된 탈이온수일 수 있고, 알코올은 메탄올, 에탄올, n-프로판올, 이소프로판올, n-부탄올, 이소부탄올, 2차-부탄올, 시클로헥산올, 1-옥탄올, 2-옥탄올, 2-에틸헥산올, 3-클로로프로판올, 푸르푸릴알코올, 1-펜탄올, 디아세톤 알코올, 1-데칸올, 올레일 알코올로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상일 수 있고, 산성용액은 pH가 7 미만인 용액으로, 황산, 인산 등 일 수 있다.
- [0104] 육방정계 질화붕소 응집 분말
- [0105] 또한, 본 발명은 상기 방법으로 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말을 제공한다.
- [0106] 상기 육방정계 질화붕소 응집 분말은 육방정계 질화붕소 분말끼리 뭉쳐서 형성된 덩어리인 것으로, 연마제, 디스플레이 방열판, 화장품, 반도체 방열판, 이형제, 윤활제, 원자력 발전소의 반응도 조절용, 기타 전자부품용 소재 등으로 널리 사용될 수 있는 원료로, 육방정계 질화붕소 응집 분말은 열전도 특성과 같은 물리적 특성이 방향에 따라 달라지지 않는 등방성(isotropy) 특성을 가진다.

- [0107] 상기 육방정계 질화붕소 응집 분말의 흑연화 지수(graphitization index)는 1.6 내지 10인 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 본 명세서 내 “흑연화 지수”라 함은 X선 회절 분석기에 의해 분석가능한 수치로서, 1.6 내지 10의 흑연화 지수를 유지함으로써, 육방 구조를 갖는 질화붕소 응집 분말을 제조할 수 있는 이점이 있다.
- [0108] 모든 물질은 원자로 구성되어 있고, 그 물질의 특성을 지니는 최소의 단위를 분자로서 표시하고 있다. 분자는 구성원자들이 공간적인 격자모양으로 규칙성 있게 배열되어 만들어지며, 결정은 결정격자의 기본이 되는 최소단위 입체격자인 분자가 3차원적으로 쌓여서 만들어진다. 따라서, 결정은 이러한 똑같은 형태의 분자들이 규칙적으로 쌓여서 형성되는 물질이라고 할 수 있다.
- [0109] 본 명세서 내 "격자상수 c"라 함은 X선 회절 분석기에 의해 분석가능한 수치로서, 결정격자의 가로, 세로, 높이의 모서리 길이를 격자상수(lattice parameter) a, b, c 로 각각 표시한다.
- [0110] 상기 육방정계 질화붕소 응집 분말의 격자상수(lattice parameter) c는 6.66Å 내지 7.04Å인 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 이때, 6.66Å 내지 7.04Å의 격자상수 c를 유지함으로써, 육방 구조를 갖는 질화붕소 응집 분말을 제조할 수 있는 이점이 있다.
- [0111] 본 명세서 내 "평균 입자 직경"이란 입자의 무게 중심을 지나는 직선이 입자의 표면과 만나면서 정의되는 2개의 지점 간 거리를 의미할 수 있다.
- [0112] 상기 평균 입자 직경은 공지된 방법에 따라 다양한 방법으로 측정될 수 있고, 예를 들어, X-선 회절분석 (XRD)을 이용하거나, 주사전자현미경 (SEM) 이미지를 분석하여 측정될 수 있다.
- [0113] 상기 육방정계 질화붕소 응집 분말은 1 $\mu$ m 내지 10 $\mu$ m의 평균 입자 직경을 가질 수 있다. 이때, 육방정계 질화붕소 응집 분말의 입자 직경이 상기 범위를 유지함으로써, 연마재, 디스플레이 방열판, 화장품, 반도체 방열판, 이형제, 윤활제, 원자력 발전소의 반응도 조절용, 기타 전자부품용 소재 등으로 활용에 유용하다.
- [0114] 따라서, 본 발명에 따른 육방정계 질화붕소 응집 분말의 제조방법은 붕산 및 요소를 포함하는 반응물을 저온에서 반응시켜 반응 중간체를 제조한 후, 1차 열처리하여 무정형 질화붕소 분말을 제조하고, 10 $^{\circ}$ C 내지 700 $^{\circ}$ C에서 2차 열처리하여 잔류 탄소를 제거하여 무정형 질화붕소 분말을 응집시킨 후, 3차 열처리하여 육방정계 질화붕소 응집 분말을 제조함으로써, 공정의 단순화 및 에너지 소비량의 절감이 가능하다.
- [0115] 이로써, 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말은 흑연화 지수(graphitization index) 및 격자상수(lattice parameter) c 가 크면서도, 등방성(isotrope) 특성을 가질 수 있다.
- [0116] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예를 제시한다. 그러나 하기의 실시예는 본 발명을 보다 쉽게 이해하기 위하여 제공되는 것일 뿐, 하기 실시예에 의해 본 발명의 내용이 한정되는 것은 아니다.

[0117] **[실시예]**

[0118] **실시예 1**

[0119] H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 1mol 및 CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> 2.5mol를 포함하는 고상 반응물을 NH<sub>3</sub> 가스 분위기 하에 상압에서 10 $^{\circ}$ C/min의 승온 속도로 상온(25 $^{\circ}$ C)에서 100 $^{\circ}$ C까지 승온시킨 후 100 $^{\circ}$ C에서 4시간 동안 온도를 유지함으로써 승온 반응하여 고상의 반응 중간체로, 암모늄 펜타보레이트(NH<sub>4</sub>B<sub>5</sub>O<sub>12</sub>)를 제조한 후, 상온으로 다시 냉각시켰다. 이때, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O 및 NH<sub>3</sub>는 기상 불순물로서 제거되었다. 이를 N<sub>2</sub> 가스 분위기 하에 상온에서 1000 $^{\circ}$ C까지 승온시킨 후 1000 $^{\circ}$ C에서 4시간 동안 온도를 유지함으로써 1차 열처리하여 무정형 질화붕소 분말을 제조한 후, 상온으로 다시 냉각시켰다. 이때, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O 및 NH<sub>3</sub>는 기상 불순물로서 제거되었다. 이를 O<sub>2</sub> 가스 분위기 하에 상온에서 600 $^{\circ}$ C까지 승온시킨 후 600 $^{\circ}$ C에서 2시간 동안 온도를 유지함으로써 2차 열처리하여 잔류 탄소를 제거하여 무정형 질화붕소 분말을 응집시킨 후, 상온으로 다시 냉각시켰다. 이를 N<sub>2</sub> 가스 분위기 하에 상온에서 1500 $^{\circ}$ C까지 승온시킨 후 1500 $^{\circ}$ C에서 2시

간 동안 온도를 유지함으로써 3차 열처리하여 육방정계 질화붕소 응집 분말을 제조한 후, 상온으로 다시 냉각시켰다. 이때, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O 및 NH<sub>3</sub>는 기상 불순물로서 제거되었다. 이후, 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말을 물에 분산시켜 불순물을 최종 제거하여 육방정계 질화붕소 응집 분말을 최종 제조하였다.

[0120] **실시예 2**

[0121] H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 1mol 및 CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> 2.5mol를 포함하는 고상의 반응물을 NH<sub>3</sub> 가스 분위기 하에 상압에서 10°C/min의 승온 속도로 상온(25°C)에서 200°C까지 승온시킨 후 200°C에서 4시간 동안 온도를 유지함으로써 승온 반응하여 고상의 반응 중간체로, 보론 이미드(B<sub>2</sub>(NH)<sub>3</sub>)를 제조한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 육방정계 질화붕소 응집 분말을 최종 제조하였다.

[0122] **실시예 3**

[0123] H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 1mol 및 CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> 5mol를 포함하는 고상 반응물을 NH<sub>3</sub> 가스 분위기 하에 상압에서 10°C/min의 승온 속도로 상온(25°C)에서 100°C까지 승온시킨 후 100°C에서 4시간 동안 온도를 유지함으로써 승온 반응하여 고상의 반응 중간체로, 암모늄 펜타보레이트(NH<sub>4</sub>B<sub>5</sub>O<sub>12</sub>)를 제조한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 육방정계 질화붕소 응집 분말을 최종 제조하였다.

[0124] **실험예**

[0125] 실시예 1~3에 따른 방법으로 최종 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말을 X-선 회절분석기(XRD)로 분석하였고, 육방정계 질화붕소 응집 분말의 표면을 주사전자현미경(SEM)으로 관찰하였다.

[0126] 실시예 1~3에 따른 방법으로 최종 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말의 흑연화 지수(graphitization index) 및 격자상수(lattic parameter) c를 X-선 회절분석기(XRD)로 분석한 결과, 실시예 1~3에 따른 방법으로 최종 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말의 평균 입자 직경을 주사전자현미경(SEM)으로 관찰한 결과 및 실시예 1~3에 따른 방법으로 최종 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말의 밀도를 탭밀도 측정기로 측정한 결과는 하기 표 1과 같다.

**표 1**

	흑연화 지수	격자상수 c (Å)	평균 입자 직경 (μm)	밀도 (g/cm <sup>3</sup> )
실시예 1	3	6.670	2~3	0.43
실시예 2	2.8	6.669	2~3	0.43
실시예 3	2.8	6.669	2~3	0.43

[0128] 또한, 실시예 1에 따른 방법으로 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말을 X-선 회절분석기(XRD)로 분석한 그래프는 도 1에 나타내었고, 실시예 1에 따른 방법으로 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말의 표면을 주사전자현미경(SEM)으로 관찰하여 나타낸 사진은 도 2에 나타내었다.

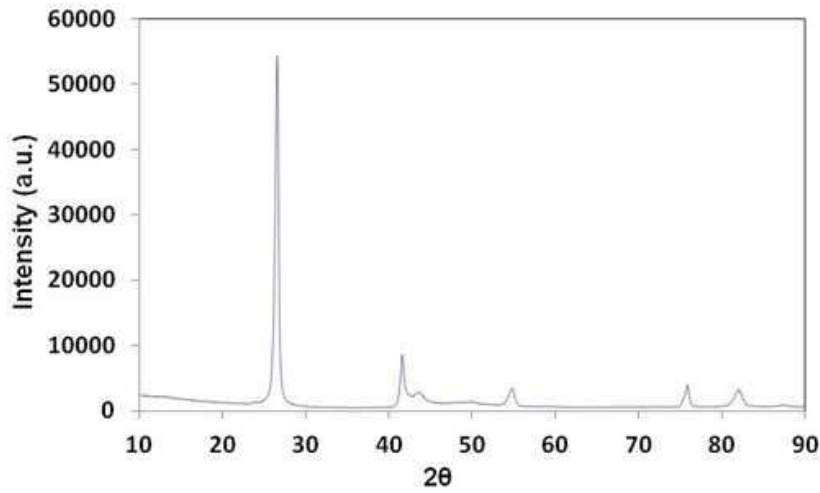
[0129] 상기 표 1 및 도 1~2에서 보듯이, 실시예 1~3에 따른 방법으로 최종 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말의 흑연화 지수(graphitization index)는 2.8~3이고, 격자상수(lattic parameter) c는 6.669~6.670Å임을 확인할 수 있었고, 최종 제조된 육방정계 질화붕소 응집 분말은 약 2~3μm의 평균 입자 직경 및 약 0.43g/cm<sup>3</sup>의 밀도를 갖음을 확인할 수 있었다.

[0130] 전술한 본 발명의 설명은 예시를 위한 것이며, 본 발명이 속하는 기술분야의 통상의 지식을 가진 자는 본 발명

의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 쉽게 변형이 가능하다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

도면

도면1



도면2

