



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2012년07월20일  
(11) 등록번호 10-1167714  
(24) 등록일자 2012년07월16일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C01G 55/00 (2006.01)  
(21) 출원번호 10-2006-7026008  
(22) 출원일자(국제) 2005년05월10일  
심사청구일자 2010년05월10일  
(85) 번역문제출일자 2006년12월11일  
(65) 공개번호 10-2007-0015456  
(43) 공개일자 2007년02월02일  
(86) 국제출원번호 PCT/US2005/016372  
(87) 국제공개번호 WO 2005/110924  
국제공개일자 2005년11월24일  
(30) 우선권주장  
60/570,320 2004년05월11일 미국(US)  
(56) 선행기술조사문헌  
US20020069592 A1  
US4745035 A  
전체 청구항 수 : 총 19 항

(73) 특허권자  
더 리전트 오브 더 유니버시티 오브 캘리포니아  
미합중국 캘리포니아 94607-5200 오클랜드 프랭클린 스트리트 1111  
(72) 발명자  
카너, 리차드, 비.  
481 알마 애비뉴, 퍼시픽 팰리세이즈, CA 90272, US  
길만, 존, 제이.  
405 힐가드 애비뉴, 로스앤젤레스, CA 90095, US  
(74) 대리인  
서천석

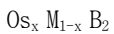
심사관 : 이성렬

(54) 발명의 명칭 **오스뮴 다이보라이드 화합물 및 그 용도**

**(57) 요약**

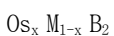
본 발명에 따라, 원자가 전자 밀도 및 결합 공유원자가가 초비압축성, 극경성 물질을 위한 특정한 설계 파라미터로서 사용될 수 있음을 증명한다. 이러한 개념을 사용하여, 우리는 붕소 원자를 오스뮴 금속에 통합시켜 국지적 공유결합을 생성하여 그 경도를 개선하였다. 기타의 가능한 화합물은 오스뮴 카바이드 및 오스뮴 나이트라이드를 포함한다. 그러나, OsC를 합성하고자 하는 시도는 성공적이지 않았으며, OsN은 최근에야 분광기로 관찰되었고 아직 결정확상으로 순수한 형태로 얻어지지 않았다.<sup>[16]</sup> 붕소의 작은 크기 및 전자 수용성질 때문에, 우리는 붕소를 오스뮴과 화합시켜, 오스뮴 금속의 높은 원자가 전자 밀도의 거의 전부를 보유하는 OsB<sub>2</sub>를 형성할 수 있었다. 이 화합물은 높은 경도와 함께 높은 체적탄성계수를 겸비한다. 오스뮴 다이보라이드의 결정구조가 알려져 있었음에도 불구하고, 그 기계적 성질은 잘 특성지워져 있지 않았다.<sup>[17,18]</sup>

본 발명은 물질 표면을 연마하거나 물질 표면을 통해 절단하기 위한 방법을 포함하는데, 이는 다음의 식



을 가지는 오스뮴 다이보라이드 화합물로 본질적으로 구성된 연마제로 물질의 표면을 접촉시키는 것을 포함한다. 여기서, M은 레늄, 루테튬 또는 철이고, x는 0.01 ~ 1이다. 단, x가 1이 아니고 M이 레늄인 경우에는 x는 0.01 ~ 0.3이다. 연마될 수 있는 물질은 오스뮴 다이보라이드 화합물 만큼은 단단하지 않은 물질이다. 예를 들어, 사파이어(2,000 kg/mm<sup>2</sup>의 경도)는 물론, 연마제로서 사용되고 있는 개개의 오스뮴 다이보라이드 화합물의 경도에 따라 3,000 kg/mm<sup>2</sup> 이상의 경도를 가지는 물질도 연마될 수 있을 것이다.

본 발명은 또한, 어떤 물질에 의하여 연마되거나 절단되는 것으로부터 표면을 보호하기 위한 방법을 포함한다. 이 방법은 다음 식

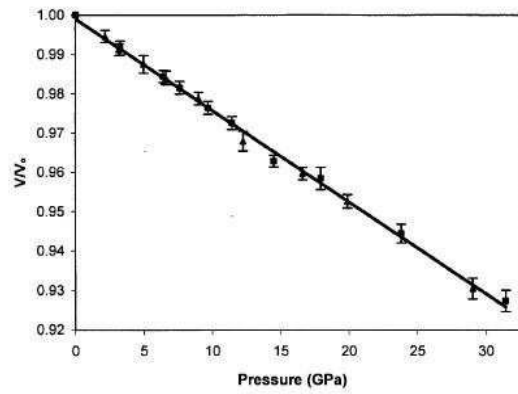


을 가지는 오스뮴 다이보라이드 화합물을 포함하는 보호층으로 표면을 코팅하는 것을 포함한다. 여기서, M은 레늄, 루테튬 또는 철이고, x는 0.01 ~ 1이다. 단, x가 1이 아니고 M이 레늄인 경우에는 x는 0.01 ~ 0.3이다. 보호층은 상기에 논의된 바와 같이 오스뮴 다이보라이드 화합물 만큼은 단단하지 않은 물질로부터 보호한다.

본 발명은 오스뮴 다이보라이드 화합물을 사용하기 위한 방법을 포함할 뿐 아니라, 오스뮴 다이보라이드 화합물이 사용되는 도구, 연마제 및 기타 장치 및 시스템도 또한 포함한다. 오스뮴 다이보라이드 화합물은 다이아

몬드, 텅스텐 카바이드 등과 같은 알려진 극경성 물질과 동일한 방법으로 사용될 수 있을 것이다. 오스뮴 다이보라이드 화합물은 알려진 극경성 물질에서 발견되는 동일한 바람직한 극경성 또는 초경성 성질을, 그 결점 중 다수없이 제공한다.

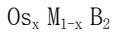
대표도 - 도1



**특허청구의 범위**

**청구항 1**

본질적으로 다음의 식



를 가지는 오스뮴 다이보라이드 화합물로 구성된 연마제로 물질의 표면을 접촉시키는 단계를 포함하는, 물질의 표면을 연마하는 방법. 여기서, 상기 M은 레늄, 루테튬 또는 철이고 상기 x는 0.01 ~ 1이다. 단, 상기 x가 1이 아니고 상기 M이 레늄인 때에 상기 x는 0.01 ~ 0.3 이다.

**청구항 2**

제 1 항에 있어서, 상기 x가 1인, 물질의 표면을 연마하는 방법.

**청구항 3**

제 1 항에 있어서, 상기 M이 루테튬인, 물질의 표면을 연마하는 방법.

**청구항 4**

제 1 항에 있어서, 상기 M이 레늄인, 물질의 표면을 연마하는 방법.

**청구항 5**

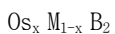
제 1 항에 있어서, 상기 물질이 2,000 Kg/mm<sup>2</sup> 이상의 비커 경도를 갖는, 물질의 표면을 연마하는 방법.

**청구항 6**

제 1 항에 있어서, 상기 물질이 3,000 Kg/mm<sup>2</sup> 이상의 비커 경도를 갖는, 물질의 표면을 연마하는 방법.

**청구항 7**

다음의 식



를 가지는 오스뮴 다이보라이드 화합물을 포함하는 보호층으로 표면을 코팅하는 단계를 포함하는, 물질에 의한 연마 또는 절단으로부터 표면을 보호하는 방법. 여기서, 상기 M은 레늄, 루테튬 또는 철이고 상기 x는 0.01 ~ 1이다. 단, 상기 x가 1이 아니고 상기 M이 레늄인 때에 x는 0.01 ~ 0.3 이다.

**청구항 8**

제 7 항에 있어서, 상기 x가 1인, 연마 또는 절단으로부터 표면을 보호하는 방법.

**청구항 9**

제 7 항에 있어서, 상기 M이 루테튬인, 연마 또는 절단으로부터 표면을 보호하는 방법.

**청구항 10**

제 7 항에 있어서, 상기 M이 레늄인, 연마 또는 절단으로부터 표면을 보호하는 방법.

**청구항 11**

제 7 항에 있어서, 상기 물질이 2,000 Kg/mm<sup>2</sup> 이상의 비커 경도를 갖는, 연마 또는 절단으로부터 표면을 보호하는 방법.

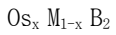
**청구항 12**

제 7 항에 있어서, 상기 물질이 3,000 Kg/mm<sup>2</sup> 이상의 비커 경도를 갖는, 연마 또는 절단으로부터 표면을 보호

하는 방법.

**청구항 13**

다음의 식



를 가지는 오스뮴 다이보라이드 화합물을 포함하는 표면을 포함하고, 물질을 절단하거나 물질의 표면을 연마 하는데 사용하기 위한 도구. 여기서, 상기 M은 레늄, 루테튬 또는 철이고 상기 x는 0.01 ~ 1이다. 단, 상기 x가 1이 아니고 상기 M이 레늄인 때에 상기 x는 0.01 ~ 0.3 이다.

**청구항 14**

제 13 항에 있어서, 상기 x가 1인 도구.

**청구항 15**

제 13 항에 있어서, 상기 M이 루테튬인 도구.

**청구항 16**

제 13 항에 있어서, 상기 M이 레늄인 도구.

**청구항 17**

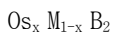
제 13 항에 있어서, 상기 물질이 2,000 Kg/mm<sup>2</sup> 이상의 비커 경도를 갖는, 도구.

**청구항 18**

제 13 항에 있어서, 상기 물질이 3,000 Kg/mm<sup>2</sup> 이상의 비커 경도를 갖는, 도구.

**청구항 19**

다음의 식



를 가지는 화합물로 극경성 화합물을 대체하는 것을 포함하여 개선된 극경성 화합물을 포함하는 도구표면을 가지는 절단 도구. 여기서, 상기 M은 레늄, 루테튬 또는 철이고 상기 x는 0.01 ~ 1이다. 단, 상기 x가 1이 아니고 상기 M이 레늄인 때에 상기 x는 0.01 ~ 0.3 이다.

**청구항 20**

삭제

**청구항 21**

삭제

**청구항 22**

삭제

**청구항 23**

삭제

**청구항 24**

삭제

**청구항 25**

삭제

청구항 26

삭제

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 일반적으로 극경성(super hard), 비압축성 물질에 관한 것으로, 더욱 자세하게는, 붕소와 단독으로, 또는 레늄, 루테튬 또는 철과 함께 화합될 때 오스뮴이 초경성 및 비압축성 화합물을 생산한다는 발견으로 이끌어진다. 이 오스뮴 다이보라이드 화합물은, 현재 절단도구에서 또는 연마제로서 사용되고 있는 다른 극경성 또는 초경성(ultra-hard) 물질에 대한 대체로서 유용하다.

배경기술

[0002] 본 발명의 배경기술을 설명하기 위하여 또는 그 실행에 관하여 추가적으로 상세히 설명하기 위하여 본원에서 언급되는 간행물 및 기타 참조자료는 본원에 참고로 통합된다. 편의상 참조자료는 부록의 서적목록에서 숫자 상으로 참고되고 식별된다.

[0003] 높은 체적탄성계수(bulk modulus), 초경성 물질은 매우 다양한 산업상의 적용에 있어서의 그 유용성 때문에 대단한 관심을 끌고 있다. 이에는 마모방지, 스크래치 내성, 표면 내구성 및 화학적 안정성이 우선인 연마제, 절단도구 및 코팅이 포함된다.<sup>[1,2]</sup> 그러므로, 새로운 종류의 극경성 물질의 개발이 대단한 실용적인 관심을 끈다. 과거의 연구에 의하면, 용융점이 경도(hardness)와 관계가 있을 수 있고 탄소, 질소 또는 붕소를 전이금속에 첨가하면 종종 경성 물질이 형성된다는 일반적인 아이디어가 제안된다.<sup>[3]</sup>

[0004] 경도는 적용된 로드하에서의 가소성 압입(plastic indentation)에 대한 물질의 내성의 측정량이다. 물질의 변형은 전단변형(shear deformation), 부피압축, 결합-굽힘(bond-bending) 및 전위(dislocation)를 통하여 나타난다.<sup>[4]</sup> 높은 전단탄성계수(shear modulus)는 어떠한 방향으로도 변형되지 않고 압축되는 물질의 능력을 반영한다. 이것은 부피압축에 저항하는 물질의 능력과 관련되고 높은 체적탄성계수에 반영된다.<sup>[5,6]</sup> 그러므로, 설계 목적은 높은 체적탄성계수를 갖는 물질을 찾는 것이다.<sup>[7-9]</sup>

[0005] 매우 다양한 재질(substance)의 압축성은 그 원자가 전자의 밀도, 전자/Å<sup>3</sup>와 직접 상호관련될 수 있다.<sup>[10]</sup> 예를 들어, 가장 단단한 알려진 재질인 다이아몬드는 0.705 전자/Å<sup>3</sup>의 원자가 전자 밀도를 가지며, 예외적으로 높은 체적탄성계수(B<sub>0</sub> = 442 GPa)를 가진다.<sup>[11]</sup> 그러므로, 원자가 전자 밀도를 최대화 하는 것이 새로운 높은 체적탄성계수 물질을 찾는 데 있어 잠재적으로 유용한 설계 파라미터이다. 오스뮴 금속은 순수한 금속으로서 가장 높은 원자가 전자 밀도 중의 하나(0.511 전자/Å<sup>3</sup>)를 가지고, 그것의 체적탄성계수의 최근의 측정량들은 411 - 462 GPa 범위의 값을 보여준다.<sup>[12,13]</sup> 하나의 측정량은 실제로 오스뮴 금속이 다이아몬드보다 덜 압축성임을 제시하는 한편, 두번의 시험은 오스뮴 금속이 고도로 비압축성인 물질임에 동의한다. 다이아몬드 및 오스뮴의 체적탄성계수가 매우 유사함에도 불구하고, 그것들의 전위의 이동도의 차이 때문에 그 경도는 대단히 다르다.<sup>[5]</sup> 다이아몬드는 8,000 - 10,000 kg/mm<sup>2</sup>의 경도를 가지는 반면, 오스뮴 금속은 단지 400 kg/mm<sup>2</sup>의 경도를 갖는다. 그 편차는 간단히 설명될 수 있다: 오스뮴은 금속성인데 반해, 다이아몬드는 순전히 공유성이다. 다이아몬드 내의 원자 오비탈은 모두 sp<sup>3</sup> 혼성이고, 오버랩되어 무한한 사면체 네트워크내에서 짧고, 방향성이 있는 고도의 공유성 결합을 형성한다. 그 결합의 힘과 방향성은 그 물질이 변형에 저항하는 능력을 결정한다.<sup>[4,8]</sup> 대조적으로, 오스뮴의 육각형으로 밀집한 결정구조는 국지적 또는 방향성 결합에 참여하지 않는 원자가 전자의 페르미-액체를 가지고, 따라서 전위 이동에 대한 내성을 거의 제공하지 않는다.

[0006] 많은 전이금속이 순수한 원소상태에서는 연성이지만, 붕소, 탄소 또는 질소와 같은 작은, 공유성 주족 원소와 화합시킴으로써 경성 물질로 변환될 수 있다. 예를 들어, 제 3열 전이금속 텅스텐을 고려해 본다. 텅스텐의

경도는, 붕소를 첨가하여 텅스텐 다이보라이드,  $WB_2$ 를 형성함으로써  $900 \text{ kg/mm}^2$ 에서  $1,400 \text{ kg/mm}^2$ 으로 증가된다. 양자택일적으로, 텅스텐은 탄소와 화합되어 텅스텐 카바이드 WC를 형성할 수 있고, 이는 경도를  $3,000 \text{ kg/mm}^2$ 으로 증가시킨다.<sup>[14]</sup>

**발명의 상세한 설명**

[0007] 우리는  $OsB_2$ 를 형성하기 위하여 두개의 합성방법을 사용하였다. 첫번째 방법에서  $MgB_2$ 가 고체상태 상호교환 반응(solid-state metathesis reaction)에서 전구체로서 이용된다.<sup>[19]</sup>  $OsCl_3:MgB_2$ 의 2:3 혼합물의 반응은, 저항성있게 가열된 니크롬선과 함께 개시되고 자체증식하여 1초도 되기 전에 완성된다.  $MgCl_2$ 의 부산물 염을 씻어낸 후, X-선 회절은,  $Os_2B_3$ ,  $OsB$ , 및  $Os$ 와 함께  $OsB_2$ 의 형성을 보여준다. 이 산물을,  $1,000^\circ\text{C}$ 에서 3일동안 3몰 과잉의 붕소와 함께 가열하면, 단지 결정질 산물로서만  $OsB_2$ 가 산출된다. 두번째 방법에서, 1:2 몰비의  $Os:B$ 를  $1,000^\circ\text{C}$ 에서 가열하면 오스뮴 보라이드의 혼합물이 산출된다. 그러나, 상호교환반응을 포함하는 우리의 실험에서 제시되었듯이, 1:5 몰비의  $Os:B$ 를 사용하고  $1,000^\circ\text{C}$ 에서 3일동안 가열하면 상 순수 결정질  $OsB_2$  및 무정형 붕소가 산출된다. 그리고나서 이 물질이 체적탄성계수 및 경도 둘다를 결정하기 위하여 사용되었다.

[0008]  $OsB_2$ 의 압축성은 고압 X-선 회절을 사용하여 측정되었다. 회절 패턴은  $0.0001 \text{ GPa}$ (대기압) ~  $32 \text{ GPa}$ 의 범위에 걸쳐서 수집되었다. 고압의 적용은 피크 위치에 있어서 두드러지게 작은 시프트를 만들어 내는데, 이는 작은 부피 압축성, 즉 큰 체적탄성계수(B)를 가리킨다. 데이터는 3차 Birch-Marnaghan 상태방정식을 사용하여 적합되어 체적탄성계수  $B_0$  및 압력에 대한 그 도함수  $B_0'$  둘다를 계산하였다(도 1).<sup>[11,20]</sup> 결과적인 값은  $B_0 = 395 \text{ GPa}$  이고  $B_0' = 1.4$ 이다.  $395 \text{ GPa}$ 의 값은 예외적으로 높아서, 보론 카바이드( $B_4C$ ,  $B_0 = 200 \text{ GPa}$ ), 실리콘 카바이드( $SiC$ ,  $B_0 = 248 \text{ GPa}$ ), 사파이어( $Al_2O_3$ ,  $B_0 = 252 \text{ GPa}$ ) 및 입방 보론 나이트라이드( $c\text{-BN}$ ,  $B_0 = 367 \text{ GPa}$ )를 포함하는 다른 극경성 물질을 초과하고, 다이아몬드의 그것( $B_0 = 442 \text{ GPa}$ )에 근접한다.<sup>[21]</sup> 전형적인 경성 물질은 4 근처의  $B_0'$ 를 가진다<sup>[11]</sup>. 이것은 대부분의 물질이 고압에서 덜 압축성이 되고, 따라서 P 대  $V/V_0$  데이터에 있어 곡물을 보인다는 것을 의미한다.  $OsB_2$ 에 대하여 계산된 대로 그리고 다이아몬드( $B_0' = 1.9$ )에 대하여 보여지는 대로, 작은  $B_0'$ 는, 증가하는 압력에도 불구하고 상태방정식이 고도로 1차형으로 유지됨을 암시한다.<sup>[11]</sup>

[0009]  $OsB_2$ 의 단위셀의 부피와 같이, 개개의 축도 증가하는 압력에 따라 1차형으로 변화한다. 그러나, 단위셀은 입방형이 아니기 때문에, 축의 압축은 흥미있는 이방성을 보여준다(도 2). 결정의 b-방향이 가장 압축성인 반면, c-방향이 가장 덜 압축성이다. 현저하게, c-방향(001)에 따른  $OsB_2$ 의 압축성은 다이아몬드의 유사한 1차형 압축성보다 훨씬 작다.

[0010] 축간의 압축성에 있어서의 차이는  $OsB_2$ 의 사방정계 결정구조의 분석에 의하여 이해될 수 있다. a-방향 및 b-방향으로, 붕소 및 오스뮴 원자가, 각각으로부터 오프셋된 면안에 배열된다. 압축이 되면, 붕소 및 오스뮴 원자는 서로에게로 직접적으로 밀리는 것이 아니어서, 비압축성을 최대화시키는 전자 반발력이 최적화되지 않는다. 대조적으로, c-방향을 따라 붕소 및 오스뮴 원자는 거의 직접적으로 정렬되어, 고도로 반발하는 전자 상호작용이 생기게 된다. 이 결과는, 붕소가 결정 격자 전체에 있어 더욱 고르게 분포되는 더 높은 대칭형의 보라이드 일수록, 더욱 등방성이고 잠재적으로 더 높은 비압축성을 보여줄 수 있음을 암시한다.

[0011]  $OsB_2$ 의 경도 특성분석은 두가지 방법으로 행해졌다: 정성적 스크래치 시험 및 나노-압입 시험. 모스 경도계는, 다른 물질을 스크래치하는 능력에 근거하여 물질의 상대적 경도를 1 에서 10의 스케일로 등급매긴다. 오스뮴 다이보라이드는 사파이어와 견주어졌는데, 모스 스케일 상에서 9이다(다이아몬드는 10).  $OsB_2$ 의 분말 샘플은 폴리시된 사파이어 창유리를 쉽게 스크래치한다. 그 영구적인 표식은 광학현미경은 물론 나안으로도 관찰가능하다.

[0012] 이 측정은 상대적인 경도의 인식을 제공한다. 그러나, 사파이어의 경도는  $2,000 \text{ kg/mm}^2$ 이고, 다이아몬드의 경

도는 8,000 ~ 10,000 kg/mm<sup>2</sup>이다. 이러한 값 사이, 따라서 모스 경도계 상의 9와 10 사이에는 상당한 차이가 있다. OsB<sub>2</sub>의 더 정확한 경도 값을 얻기 위하여, 더욱 직접적인, 정량적인 측정을 하는 것이 필요하다.

[0013] 따라서, 나노압입 측정이 OsB<sub>2</sub>에 수행되었다. 우리의 분말화된 샘플을 이용하여 이 실험을 하기 위하여, OsB<sub>2</sub>는 먼저 단단한 에폭시 수지 지지매트릭스 내에 포매되었다. 그리고나서 다이아몬드 폴리셔를 이용하여 그 표면을 폴리시하여 OsB<sub>2</sub>의 편평한 결정 면을 노출시켰다. 나노-크기의 다이아몬드-팁의(diamond-tipped) 압입체는, 알려진 힘으로 샘플위로 낮추어지고, 적용된 로드에서의 데이터와 압입 깊이가 로딩과 언로딩 동안 수집되었다. 그리고나서 압입체의 언로딩 깊이로부터 경도가 결정되었다. 언로딩 곡선은 샘플 탄성 변형으로부터 샘플의 가소성 변형을 분리하는 것을 책임진다. 불행하게도, 압입 동안 에폭시 수지도 또한 가소성적으로 변형하기 때문에, 언로딩 곡선은 OsB<sub>2</sub> 샘플의 변형만을 나타내지 않는다. 그러므로, 이 측정으로부터 얻어지는 경도 값은 물질의 진정한 경도의 하한을 나타낸다. 이 실험으로부터, 비커 경도, H<sub>v</sub> = 3,100 kg/mm<sup>2</sup>이 얻어졌다. 이것은 스크래치 시험으로부터 얻어진 데이터를 확장하는데, 이 시험에서 OsB<sub>2</sub>이 사파이어를 스크래치했으며, 사파이어는 2,000 kg/mm<sup>2</sup>의 비커 경도를 가진다.<sup>[16]</sup>

[0014] OsB<sub>2</sub>의 측정된 비압축성 및 경도는, 고도로 비압축성이고 극경성인 물질의 합성을 위해 설계 파라미터를 적용하는 것이 가능함을 입증한다. 작은, 가벼운 주족 원소를 큰, 전자-풍부한 전이금속과 화합시킴에 의하여, 극도로 높은 전자 밀도를 유지하면서 공유원자가를 높이는 것이 가능하다. 오스뮴과 같이, 레늄 또한 높은 전자 밀도를 가지고, 예비실험은 ReB<sub>2</sub> 또한 높은 체적탄성계수를 가짐을 보여준다. 경도는, 두개의 비유사한 상들이 섞일 때 증가하는 것으로 알려져 있기 때문에, Os 및 Re 간의 고체 용액, 즉 Os<sub>1-x</sub>Re<sub>x</sub>B<sub>2</sub>로, OsB<sub>2</sub> 또는 ReB<sub>2</sub>의 체적탄성계수 및 경도를 초과하는 것이 가능하다. 여기에 제시된 개념을 따르는 가능한 원자치환(atomic permutations)이 주어진다면, 다른 조합이 OsB<sub>2</sub> 보다 훨씬 더 인상적인 기계적 성질을 가지는 오스뮴 다이보라이드 화합물을 생산할 수 있을 것이다.

[0015] 예를 들어, 식 Os<sub>x</sub>Re<sub>1-x</sub>B<sub>2</sub> -여기서 x는 0.01 ~ 0.30의 범위-를 가지는 고체용액이 가능하다. 이러한 고체용액은, 적당한 양의 다양한 성분이 함께 혼합되고 2,500 °C 미만의 온도까지 가열되는 알려진 절차를 이용하여 만들어진다. 고체용액은 또한 식 Os<sub>x</sub>Ru<sub>1-x</sub>B<sub>2</sub> -여기서 x는 0.01 ~ 0.99의 범위-를 가지는 것이 가능하다. Re 대신에 Ru를 이용하는 이러한 초경성 물질은 고체용액을 만들기 위한, 본 기술분야에서 알려진 동일한 기본 절차를 이용하여 만들어진다. 합성 절차는 전형적으로 전기 아크 가열을 사용하는 것을 포함한다.

[0016] 아크-용융 기구를 사용하는 것은, (Os,Ru)B<sub>2</sub>, (Os,Fe)B<sub>2</sub>, (Fe,Ru)B<sub>2</sub> 및(Os,Re)B<sub>2</sub>를 포함하여 전이금속 다이보라이드 고체용액의 합성을 가능하게 한다. 아크-용융기 내에서, 전이금속 및 붕소 전구체를 포함하는 샘플에 높은 퍼텐셜(30 볼트)에서 상대적으로 큰 전류(80-120 암페어)를 적용함으로써, 그 용융점(>2,500 °C)을 훨씬 초과하는 온도가 몇초내에 쉽게 도달될 수 있다. 다음에 주위온도로 다시 신속하게 냉각하면 진정한 고체용액에 이르게 된다. 예를 들어, 오스뮴과 루테튬 사이의 다이보라이드 고체용액, 즉 (Os,Ru)B<sub>2</sub>는, 화학량론적 양의 각 원소를 화합시키고 모르타르 내에서 막자로 간 다음 펠릿 프레스를 이용하여 이 분말을 펠릿으로 압착함으로써 만들어질 수 있다. 펠릿을 아크 용융기에 로드한 후, 이 기구는 배출된(evacuated) 다음 아르곤과 같은 비활성 기체로 다시 채워진다. 전류는 전극을 통하여 적용되어 아크를 형성한다. 전류는 펠릿이 용융할 때까지 증가되는데, 일반적으로 단지 몇초만 걸린다. 전류가 일단 꺼지면, 펠릿을 담은 수랭식 구리판은 샘플을 주위온도로 되돌린다. 완전한 범위의 (Os,Ru)B<sub>2</sub> 고체용액이 제조되었다. 유사하게, (Os,Fe)B<sub>2</sub> 및 (Os,Ru)B<sub>2</sub> 고체용액이 제조될 수 있다. Os/Re 보라이드 시스템을 위하여, 우리는 30몰% Os까지 ReB<sub>2</sub> 내로 통합시켜 Os<sub>0.3</sub>Re<sub>0.7</sub>B<sub>2</sub>를 얻을 수 있었지만, 10몰% Re 초과 OsB<sub>2</sub> 구조 내로 통합시킬 수 없다. 이것은 OsB<sub>2</sub>(사방정계) 및 ReB<sub>2</sub>(육방정계)의 상이한 결정 구조 때문일 가능성이 가장 크다. 그러나, Os와 Ru은 비슷한 구조를 가지고 있기 때문에, 그것들은 본질적으로, 50/50 Os/Ru 혼합물, 즉 Os<sub>0.5</sub>Ru<sub>0.5</sub>B<sub>2</sub>와 같이 어떠한 비율로도 화합될 수 있다. 실험들은, 순수한 FeB<sub>2</sub>가 알려지지 않았음에도 불구하고, 철이 OsB<sub>2</sub> 및 RuB<sub>2</sub> 둘다에 통합될 수 있음을 나타낸다.

[0017] 오스뮴 및 붕소 단독을 포함하거나, 또는 루테튬, 레늄 또는 철과 결합한 상기 화합물 군이 본원에서 오스뮴



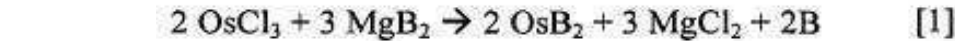
다이보라이드 화합물이라고 불리어 진다. 이 화합물은 식

[0018]  $Os_xM_{1-x}B_2$

[0019] 를 가진다. 여기서, M은 레늄, 루테튬 또는 철이고 x는 0.01 ~ 1이다. 단, x가 1이 아니고 M이 레늄인 때 x는 0.01 ~ 0.3이다. 원한다면, 이리듐, 로듐 또는 코발트가 Os를 부분적으로 대체할 수 있을 것이다. 본 발명의 범위에 속하기 위하여, 그 다이보라이드 화합물은 오스뮴 다이보라이드와 동등하거나 그보다 큰 경도를 가져야 한다. 즉, 그 경도는 3,000 Kg/mm<sup>2</sup> 또는 그보다 큰 오더상에 있어야 한다.

**실시예**

[0024] 실험의 예는 다음과 같다:  $OsCl_3:MgB_2$ 의 2:3 몰 혼합물을 이용하여 상호교환 반응이 저항성있게 가열된 니크롬 선과 함께 개시되었다.<sup>[19]</sup> 반응(방정식 1)은 1초도 지나기 전에 완성된다.



[0026]  $MgCl_2$ 의 부산물 염을 씻어낸 후, X-선 회절은,  $Os_2B_3$ ,  $OsB$ , 및 Os와 함께  $OsB_2$ 의 형성을 보여주었다. 이 산물을 밀봉된, 방출된 석영튜브 내에서 3몰 과잉의 붕소와 함께 1,000℃에서 3일동안 가열하면  $OsB_2$ 가 산출된다. 두번째 방법에서, 1:2 몰비의 Os:B를 밀봉된, 방출된 석영튜브 내에서 1,000℃에서 가열하면 오스뮴 보라이드의 혼합물이 산출된다. 그러나, 1:5 몰비의 Os:B를 사용하고 1,000℃에서 3일동안 가열하면 방정식 2에서 주어진 것과 같이 단지 결정질 상으로서의  $OsB_2$ 가 산출된다.



[0028]  $OsB_2$ 는 또한 고온 아크 용융에 의하여 형성될 수 있다.<sup>[17]</sup>

[0029]  $OsB_2$ 의 압축성은 고압 X-선 회절을 이용하여 연구되었다. 각-분산성(angle-dispersive) 분말 회절패턴이, 이미 지 관을 이용하여 Advanced Light Source, Lawrence Berkeley National Laboratories에서 빔라인 7.3.3 상에서 수집되었다. 1.15 옹스트롬의 X-선 파장이 선택되어 오스뮴의  $L_3$  흡수 에지를 피했다. 에틸시클로헥산이 유체정역학적 압력 매체로서 사용되었고 루비 형광이 압력을 결정하기 위하여 사용되었다.<sup>[22]</sup>

[0030] 나노압입 측정이 Micro Photonics Inc. Nano Hardness Tester를 사용하여 이루어 졌다.  $OsB_2$  입자는 상대적으로 단단한 수지(Omegabond 200) 내에 포매되었다. 그리고나서 이 샘플의 표면이 다이아몬드 폴리셔를 이용하여 폴리시되어  $OsB_2$  결정 표면을 노출시켰다. 나노미터-크기의 다이아몬드 압입체 팁이, 알려진, 조절되는 힘으로  $OsB_2$ 의 개별적인 결정 상으로 낮추어졌다. 로드가 적용되고 해제되는 시간동안 압입의 깊이가 모니터링되었다. 얻어진 로딩 및 언로딩 곡선의 분석이 물질의 탄성 및 가소성 변형의 분리를 가능하게 한다.

[0031] 이와 같이 본 발명의 모범적인 실시예를 설명하였는데, 본 기술분야의 당업자에 의하여, 공개된 것이 모범적인 것일 뿐이고, 다양한 다른 대체물, 개조물 및 변형물이 본 발명의 범위 내에서 만들어질 수 있을 것임이 주목되어야 한다.



[0032] 서적목록

1. V. L. Solozhenko, D. Andrault, G. Fiquet, M. Mezouar, D. C. Rubie, *Applied Physics Letters* 78, 1385-1387 (2001).
2. A. G. Thornton, J. Wilks, *Nature (London, United Kingdom)* 274, 792-3 (1978).
3. V. V. Brazhkin, A. G. Lyapin, R. J. Hemley, *Philosophical Magazine A: Physics of Condensed Matter: Structure, Defects and Mechanical Properties* 82, 231-253 (2002).
4. J. Haines, J. M. Leger, G. Bocquillon, *Annual Review of Materials Research* 31, 1-23 (2001).
5. J. J. Gilman, *Electronic Basis of the Strength of Materials* (2003).
6. S.-H. J. I. L. Jhi, S.G.; Cohen, M.L., *Nature (London, United Kingdom)* 399, 132-134 (1999).
7. M. L. Cohen, *Nature (London, United Kingdom)* 338, 291-292 (1989).
8. M. L. Cohen, *Science (Washington, DC, United States)* 261, 307-308 (1993).
9. A. Y. Liu, M. L. Cohen, *Science (Washington, DC, United States)* 245, 841-2 (1989).
10. C. Li, P. Wu, *Chemistry of Materials* 13, 4642-4648 (2001).
11. I. V. Aleksandrov, A. F. Goncharov, A. N. Zisman, S. M. Stishov, *Zhurnal Eksperimental'noi i Teoreticheskoi Fiziki* 93, 680-91 (1987).
12. H. Cynn, J. E. Klepeis, C.-S. Yoo, D. A. Young, *Physical Review Letters* 88, 135701/1-135701/4 (2002).
13. F. A. Occelli, C.M.; Hanfland, M.; Canny, B.; Couzinet, B.; Teter, D.M.; Badro, J.; Farber, D.L., *Physical Review Letters* (in press).
14. J. F. A. Shackelford, W., *CRC Handbook of Materials Science & Engineering* (Boca Raton: CRC Press, 2001).
15. R. Riedel, Editor, *Handbook of Ceramic Hard Materials* (2000).
16. R. S. Ram, J. Lievin, P. F. Bernath, *Journal of Chemical Physics* 111, 3449-3456 (1999).
17. B. Aronsson, *Acta Chem. Scand.* 17, 2036-50 (1963).
18. R. B. Roof, Jr., C. P. Kempter, *Journal of Chemical Physics* 37, 1473-6 (1962).

[0033]

19. L. Rao, E. G. Gillan, R. B. Kaner, *Journal of Materials Research* 10, 353-61 (1995).
20. S. a. M. Yasuhiko, M., *High-Pressure Research: Application to Earth and Planetary Sciences* (1992).
21. J. M. Leger et al., *Nature (London)* 383, 401 (1996).
22. K. Jacobs, J. Wickham, A. P. Alivisatos, *Journal of Physical Chemistry B* 106, 3759-3762 (2002).

[0034]

### 산업상 이용 가능성

[0035]

오스뮴 다이보라이드 화합물은 기타 극경성 물질과 동일한 방법으로 보호 표면 코팅, 절단 또는 연마 도구 표

면 코팅 또는 연마제로서 사용될 수 있을 것이다. 일단 조제되면, 오스뮴 다이보라이드 화합물은, 극경성 물질을 표면에 적용하기 위한 알려진 기술에 따라 도구 표면에 적절한 고착제로 통합되거나 다른 방법으로 부착된다. 오스뮴 다이보라이드 화합물이 연마 분말로서 사용될 때, 그 결정의 크기는 극경성 화합물을 사용하는 잘 알려진 연마 절차에 따라 변화될 수 있을 것이다. 일반적으로 오스뮴 다이보라이드 화합물은, 절단, 연마(폴리싱) 및 보호를 포함하는 적용에 있어서, 다이아몬드, 텅스텐 카바이드 또는 다른 극경성 물질을 대신하여 대용될 수 있을 것이다.

**도면의 간단한 설명**

[0020] 본 발명의 상기 논의된 특징과 기타 많은 특징 및 부수적인 장점은 수반하는 도면과 함께 고려될 때 상세한 설명을 참고하여 더 잘 이해될 것이다.

[0021] 도 1은 OsB<sub>2</sub>에 대한 분수 단위셀 부피(fractional unit cell volume) 대 압력의 그래프이다. 기호 ■ 및 ▲는 두개의 상이한 실험 실행을 가리킨다. 이 데이터는 3차 Birch-Murnaghan 상태방정식과 들어맞았다:

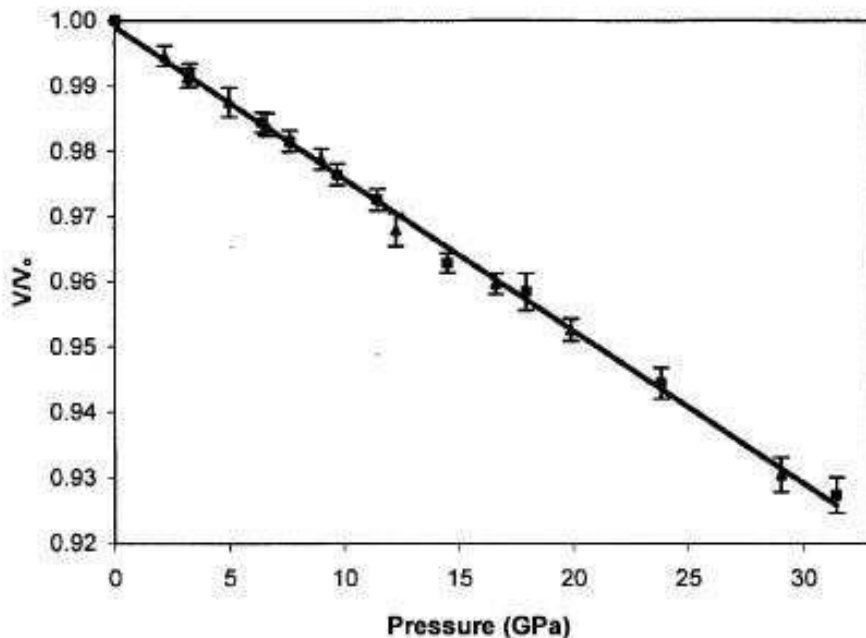
$$P = (3/2)B_0[(V/V_0)^{-7/3} - (V/V_0)^{-5/3}]\{1 - (3/4)(4 - B_0')[(V/V_0)^{-2/3} - 1]\}$$

[0022]

[0023] 도 2는 OsB<sub>2</sub>의 개개의 격자 파라미터의 압축성과 다이아몬드의 비교를 보여주는 그래프이다. OsB<sub>2</sub>에서의 a(사각형), b(원) 및 c(삼각형) 파라미터는 직선에 일치하지만, 다이아몬드 선(굵은 선)은 참조 11로부터 얻어진 것이다. OsB<sub>2</sub>에서의 c-축이 다이아몬드보다 덜 압축성인 것에 주목하라.

**도면**

**도면1**



도면2

