



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2016-0005820

(43) 공개일자 2016년01월18일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C01B 21/064 (2006.01) B01J 19/08 (2015.01)

C01B 35/08 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2014-0084375

(22) 출원일자 2014년07월07일

심사청구일자 2014년07월07일

(71) 출원인

인하대학교 산학협력단

인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)

(72) 발명자

박동화

서울특별시 서초구 잠원로 88 (잠원동, 신반포한신아파트) 303동 204호

고은하

인천광역시 남동구 간석1동 399-525 극동아파트 1동 1006호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

이원희

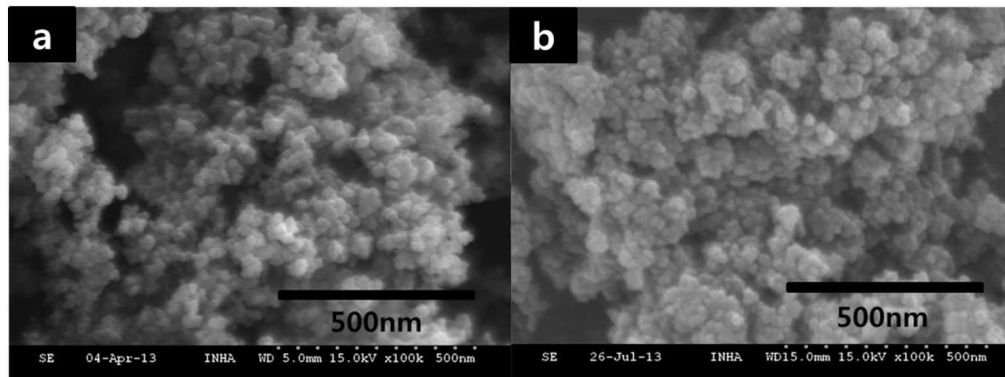
전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 열플라즈마 제트를 이용한 질화붕소 나노분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 질화붕소 나노분말

(57) 요약

본 발명은 열플라즈마 제트를 이용한 질화붕소 나노분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 질화붕소 나노분말에 관한 것으로, 상세하게는 열플라즈마 제트 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1); 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 마이크로 스케일의 질화붕소 분말을 공급하여 기화시키는 단계(단계 2); 및 상기 단계 2에서 기화된 질화붕소를 냉각시켜 질화붕소 나노분말을 제조하는 단계(단계 3)를 포함하는 열플라즈마 제트를 이용한 질화붕소 나노분말의 제조방법을 제공한다. 본 발명에 따른 상기 질화붕소 나노분말의 제조방법은 열플라즈마 제트를 이용하여 질화붕소 나노분말을 제조하는 것으로써, 고순도의 질화붕소 나노분말을 빠른 시간 내에 대량으로 생산해낼 수 있는 효과가 있다.

대표도 - 도7



(72) 발명자

김태희

경기 부천시 소사구 중동로 64, 109동 301호 (송내
동, 중동역푸르지오아파트)

최수석

인천광역시 남구 소성로 71 (학익동, 인하대학교)
인하대학교 게스트하우스 906호

명세서

청구범위

청구항 1

열플라즈마 제트 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1);

상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 마이크로 스케일의 질화붕소 분말을 공급하여 기화시키는 단계(단계 2); 및

상기 단계 2에서 기화된 질화붕소를 냉각시켜 질화붕소 나노분말을 제조하는 단계(단계 3)를 포함하는 열플라즈마 제트를 이용한 질화붕소 나노분말의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 단계 1의 열플라즈마 제트는 비이송식(Non-Transferred)인 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 질화붕소 나노분말의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 단계 1의 열플라즈마 제트 발생가스는 아르곤 가스 또는 아르곤과 질소의 혼합가스인 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 질화붕소 나노분말의 제조방법.

청구항 4

제3항에 있어서, 상기 아르곤과 질소의 혼합가스는 2 ~ 14 : 1(Ar : N₂)의 부피비율인 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 질화붕소 나노분말의 제조방법.

청구항 5

제3항에 있어서, 상기 아르곤과 질소의 혼합가스는 2 ~ 4 : 1(Ar : N₂)의 부피비율인 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 질화붕소 나노분말의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 단계 1에서 발생되는 열플라즈마 제트의 출력은 7 내지 15 kW인 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 질화붕소 나노분말의 제조방법.

청구항 7

제1항의 제조방법을 통해 제조되는 질화붕소 나노분말.

청구항 8

제7항에 있어서, 상기 질화붕소 나노분말은 구형인 것을 특징으로 하는 질화붕소 나노분말.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 열플라즈마 제트를 이용한 질화붕소 나노분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 질화붕소 나노분말에 관한 것으로서, 상세하게는 마이크로 스케일의 질화붕소 분말로부터 열플라즈마를 통해 질화붕소 나노분말을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 질화붕소(Boron Nitride, BN)은 흰색을 띠고 있으며, 탄소와 같이 결합 구조에 따라 6각형 및 정육면체 등의 결정구조를 가지는 세라믹 물질이다. 또한, 질화붕소는 3,246 K의 높은 용융점을 가지고 있으며, 전기절연성을 나타내는 물질 중 가장 높은 열전도도를 가지고 있는 것으로 알려져 있다. 상기와 같은 특성을 나타내는 질화붕소는 다양한 산업 분야에서 응용되고 있으며, 대표적으로는 윤활유, 내화재, 전기 절연체, 공구 커팅(cutting) 기구 등에 사용되고 있다.

[0003] 상기와 같이 다양한 산업분야에서 사용되고 있는 질화붕소는 입자의 크기가 작게는 수백나노에서 크게는 수십 마이크로까지 다양한 크기들로 요구되고 있으나, 이의 합성이 어렵고 설비관리가 어려운 문제가 있었다.

[0004] 한편, 종래의 질화붕소의 합성방법에는 이러한 질화붕소 분말의 제조 방법에는 일반적으로 직접질화법(Direct Nitridation Method), 기상반응법(Vapor Phase Synthesis Method) 및 화학적 침출방법(Chemical Precipitation Method) 등이 알려져 있다.

[0005] 이때, 상기 직접 질화법은 붕소분말을 수 시간동안 질소분위기에서 유지하여 질화시킴으로써 순수한 질화붕소를 얻는 방법으로써, 붕소의 원료분말가격이 고가이기 때문에 생산성이 낮으며, 반응온도가 붕소의 용점이하로 유지되어야 하기 때문에 합성되는 질화붕소의 양이 적고, 합성온도가 너무 높으면 질화물이 분해되어 질화붕소를 추출하는 것이 불가능한 문제가 있다.

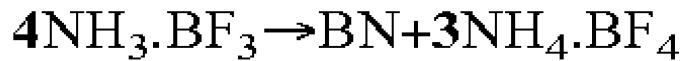
[0006] 상기 기상반응법은 기상반응을 통하여 질화붕소를 제조하는 방법으로써, 반응가스의 취급이 곤란하고 생성속도가 느리기 때문에, 분말의 제조에 사용되기에는 적절하지 않은 문제가 있다.

[0007] 화학적 침출방법은 붕화물에 암모니아 등의 반응 촉매제를 첨가하여 합성질화붕소를 합성하는 방법으로, 0.1 내지 1 μ m의 미립분말의 합성이 가능하나, 일례로써 암모니아가 사용되는 경우 400 내지 500K의 고온에서 침출과정을 거쳐야 하는 단점이 있으며, CO(NH₂)₂가 사용되는 경우는 탄소의 환원에 의해 반응이 진행되기 때문에 반응을 정밀하게 제어하지 못하면 분말의 순도가 저하되는 문제가 있으며, 미반응물을 정제해야 하는 단점이 있다.

[0008] 한편, 디스플레이, 조명, 스마트폰 등 각종 전자장비에서 발생하는 열을 빼내주는 역할을 하는 방열부품의 경우, 절연성과 가공성이 우수한 폴리머 소재가 사용되고 있다. 이때, 폴리머 소재의 특성상 열전도가 떨어지는 단점이 있는바, 열전도성이 우수한 나노 크기의 질화붕소 분말을 폴리머와 혼합하여 사용하는 기술이 연구된 바 있으며, 이를 통해 전기절연성 및 가공성을 유지하면서 열전도도 또한 우수한 방열소재가 제공할 수 있다.

[0009] 이때, 상기와 같은 질화붕소 나노 분말을 제조하기 위한 종래기술로, 미국공개특허공보 US 2012/0063983 A1에서는 암모니아와 보론 트리플루오라이드(BF₃)를 기상반응시켜 NH₃·BF₃를 제조한 후, 이를 하기 반응식과 같이 분해하여 질화붕소 나노 분말을 제조하는 기술이 개시된 바 있다.

[0010] <반응식>



[0011]

[0012] 그러나, 상기 선행특허의 경우, 상기 반응식과 같이 제조된 질화붕소를 분리해내기 위한 추가적인 분리공정이 수행되는 등, 질화붕소를 제조하기 위한 공정이 복잡하고, 암모니아 가스 등의 관리와 같은 번거로움이 있다.

[0013] 이에, 본 발명자들은 질화붕소 나노 분말을 간단하게 제조할 수 있는 방법을 연구하던 중, 통상의 마이크로 스케일의 질화붕소 분말을 열플라즈마를 통해 기화시킨 후, 이를 냉각시켜 포집함으로써 대량의 질화붕소 나노분말을 빠르게 제조할 수 있는 방법을 개발하고, 본 발명을 완성하였다

선행기술문헌

특허문헌

[0014] (특허문헌 0001) 미국공개특허공보 US 2012/0063983 A1

발명의 내용

해결하려는 과제

[0015] 본 발명의 목적은 열플라즈마 제트를 이용한 질화붕소 나노분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 질화붕소 나노분말을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0016] 상기와 같은 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은

[0017] 열플라즈마 제트 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1);

[0018] 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 마이크로 스케일의 질화붕소 분말을 공급하여 기화시키는 단계(단계 2); 및

[0019] 상기 단계 2에서 기화된 질화붕소를 냉각시켜 질화붕소 나노분말을 제조하는 단계(단계 3)를 포함하는 열플라즈마 제트를 이용한 질화붕소 나노분말의 제조방법을 제공한다.

[0020] 또한, 본 발명은

[0021] 상기의 제조방법을 통해 제조되는 질화붕소 나노분말을 제공한다.

발명의 효과

[0022] 본 발명에 따른 질화붕소 나노분말의 제조방법은 열플라즈마 제트를 이용하여 질화붕소 나노분말을 제조하는 것으로서, 고순도의 질화붕소 나노분말을 빠른 시간 내에 대량으로 생산해낼 수 있는 효과가 있으며, 질화붕소 나노분말 제조시 촉매물질이 사용되지 않음에 따라 나노분말에 불순물이 포함되는 것은 방지할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0023] 도 1은 본 발명의 제조방법에서 사용되는 열플라즈마 제트 발생장치의 일례를 개략적으로 나타낸 모식도이다.
- 도 2는 열플라즈마 제트 발생장치에서 발생된 열플라즈마로 원료분말을 주입하는 과정을 나타낸 그림이다.
- 도 3은 본 발명의 제조방법에서 원료분말로 사용되는 마이크로 스케일의 질화붕소 분말을 X선 회절분석한 결과 그래프이다.
- 도 4는 본 발명에 따른 실시예 1 내지 4에서 제조된 질화붕소 나노분말을 X선 회절분석한 결과 그래프이다.
- 도 5는 본 발명의 제조방법에서 원료분말로 사용되는 마이크로 스케일의 질화붕소 분말을 주사전자현미경(SEM)으로 관찰한 사진이다.
- 도 6 (a)는 본 발명에 따른 실시예 1에서 제조된 질화붕소 나노분말을 주사전자현미경(SEM)으로 관찰한 사진이고, 도 6 (b)는 본 발명에 따른 실시예 2에서 제조된 질화붕소 나노분말을 주사전자현미경(SEM)으로 관찰한 사진이다.
- 도 7 (a)는 본 발명에 따른 실시예 3에서 제조된 질화붕소 나노분말을 주사전자현미경(SEM)으로 관찰한 사진이고, 도 7 (b)는 본 발명에 따른 실시예 4에서 제조된 질화붕소 나노분말을 주사전자현미경(SEM)으로 관찰한 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0024] 본 발명은
- [0025] 열플라즈마 제트 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1);
- [0026] 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 마이크로 스케일의 질화붕소 분말을 공급하여 기화시키는 단계(단계 2); 및
- [0027] 상기 단계 2에서 기화된 질화붕소를 냉각시켜 질화붕소 나노분말을 제조하는 단계(단계 3)를 포함하는 열플라즈마 제트를 이용한 질화붕소 나노분말의 제조방법을 제공한다.
- [0028] 이하, 본 발명에 따른 질화붕소 나노분말의 제조방법을 각 단계별로 상세히 설명한다.
- [0029] 본 발명에 따른 질화붕소 나노분말의 제조방법에 있어서, 단계 1은 열플라즈마 제트 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계이다.
- [0030] 이진 발명의 제조방법은 열플라즈마 제트를 이용하여 원료분말을 기화시킨 후, 이를 냉각함으로써 질화붕소 나노분말을 제조하는 방법으로써, 상기 단계 1에서는 질화붕소 나노분말을 제조하기 위한 원료분말을 기화시킬 수 있도록 열플라즈마 제트를 발생시킨다. 이때, 상기 단계 1의 열플라즈마는 도 1에 도시한 바와 같은 비이송식(Non-Transferred) 열플라즈마 장치를 통해 발생될 수 있다. 도 1에 도시한 바와 같이 비이송식 열플라즈마 장치는 원료분말을 기화시키기 위한 열원을 공급하는 플라즈마 토치(Plasma torch); 상기 플라즈마 토치의 일측으로 구비되어 장치로 전원을 공급하는 직류전원공급장치(DC Power supply); 상기 플라즈마 토치 하부에 구비되고 열플라즈마 제트 발생 공간을 제공하면서, 질화붕소 나노분말을 포집하는 반응 챔버(Chamber); 상기 플라즈마 토치의 일측에 구비되어 원료 분말을 상기 반응 챔버에 공급하는 원료분말 공급장치(powder feeder); 상기 플라즈마 토치 일측에 구비되어 열플라즈마 제트를 발생시키기 위한 플라즈마 발생가스를 플라즈마 토치로 공급하는 플라즈마 가스 공급장치 및 상기 반응 챔버 일측에 구비되어 열플라즈마 제트 발생가스를 외부로 배출하는 가스 배출구를 포함하여 구성될 수 있다.
- [0031] 이때, 상기 플라즈마 토치는 음극봉과 양극 노즐을 포함할 수 있으며, 상기 양극 노즐과 음극봉 사이에 플라즈마 발생가스가 공급되어 열플라즈마 제트가 발생될 수 있다. 즉, 상기 열플라즈마의 발생은 음극과 양극 노즐 사이에 직류 아크방전을 생성시키고, 후방으로부터 플라즈마 발생가스를 선회류로서 흘려보내어 열플라즈마 제트 발생가스가 아크에 의해 가열되어 고온으로 승온되며, 이에 따라 양극 노즐에서는 격렬한 열플라즈마 제트류가 분출된다.

- [0032] 본 발명의 제조방법에서 사용하는 열플라즈마(thermal plasma) 제트는 직류 아크나 고주파 유도결합 방전을 이용하여 토치부에서 발생하는 전자, 이온, 원자와 분자로 구성된 이온화 기체를 의미하는 것으로써, 수천에서 수만 K에 이르는 초고온과 높은 활성을 가진 고속제트이다. 따라서, 상기 열플라즈마 제트에 의하여 발생된 온도는 기존의 열처리 방식이나 연소 방식에 의해 발생하는 온도보다 훨씬 높은 장점이 있는바, 이러한 고온의 열원을 이용하여 질화붕소 나노분말을 제조하기 위한 원료분말을 순간적으로 기화시킬 수 있다.
- [0033] 한편, 상기 단계 1에서 열플라즈마를 발생시킴에 있어서, 플라즈마 발생가스로는 아르곤 가스 또는 아르곤(Ar)과 질소(N₂)의 혼합가스가 사용될 수 있다. 플라즈마 발생가스로 사용될 수 있는 상기 아르곤은 8족 원소이기 때문에 비교적 적은 에너지에 의해서도 전자의 방출이 용이하며, 다른 가스와 반응하지 않아 부산물을 생성시키지 않는 장점이 있다.
- [0034] 또한, 질소(N₂)와 같은 이원자 분자는 해리, 재결합, 탈리의 과정에 의해 재결합 과정에서 원료분말의 기화를 위한 열을 발생시킬 수 있으며, 고온에서 열전달이 좋기 때문에 원료분말의 기화를 더욱 원활하게 수행할 수 있다.
- [0035] 한편, 상기 단계 1에서 열플라즈마를 발생시킴에 있어서, 플라즈마 발생가스로는 아르곤(Ar)과 질소(N₂)의 혼합가스가 사용하는 것이 바람직하며, 상기 혼합가스는 2 ~ 14 : 1(Ar : N₂)의 부피비율로 공급될 수 있고, 더욱 바람직하게는 2 ~ 4 : 1(Ar : N₂)의 부피비율로 상기 혼합가스가 공급될 수 있다. 이와 같이, 플라즈마 발생을 위한 가스로 통상적으로 사용되는 아르곤과 질소를 혼합하여 공급함으로써 더욱 고출력의 열플라즈마를 생성시킬 수 있다.
- [0036] 이때, 14 : 1(Ar : N₂)의 부피비율을 만족하지 못하고, 더욱 과량의 아르곤이 혼합되는 경우에는 질소의 비율이 상대적으로 매우 낮음에 따라, 질소의 추가에 따른 고출력 열플라즈마를 생성효과가 나타나지 않으며, 2 : 1(Ar : N₂)의 부피비율을 만족하지 못하고 더욱 과량의 질소가 혼합되는 경우에는 질소의 비율이 과도하게 높아짐에 따라 역시 고출력의 열플라즈마를 생성시킬 수 없는 문제가 있다.
- [0037] 본 발명의 상기 단계 1에서 발생하는 열플라즈마 제트의 출력은 7 내지 15 kW일 수 있으며, 단계 1에서 발생하는 고출력의 열플라즈마 제트를 통해 원료분말의 기화를 원활하게 수행할 수 있다.
- [0038] 본 발명에 따른 질화붕소 나노분말의 제조방법에 있어서, 단계 2는 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 마이크로 스케일의 질화붕소 분말을 공급하여 기화시키는 단계이다.
- [0039] 전술한 바와 같이, 다양한 분야에서 사용되는 질화붕소 분말은 통상적으로 마이크로 스케일로 제조되고 있으며, 질화붕소를 나노사이즈로 제조하기 위한 종래의 제조방법에서는 붕소를 포함하는 보론트리플루오라이드와, 암모니아를 기상반응시킨후, 여러 반응물들 중 질화붕소를 분리하고 있으나, 그 공정이 복잡하고 암모니아 가스와 같이 관리가 필요한 원료가스가 요구되었다.
- [0040] 또한, 큰 사이즈의 질화붕소 분말을 분쇄하여 나노사이즈로 크기를 줄이는 공정도 알려진 바 있으나, 질화붕소 분말을 나노사이즈로 줄이기 위해서 오랜시간 동안 분쇄가 수행되어야만 하며, 분쇄가 수행된다 하더라도 질화붕소 분말의 크기를 나노사이즈화하는 것이 용이하지 않은 문제가 있었다.
- [0041] 반면, 본 발명의 상기 단계 2에서는 원료분말로써 마이크로 스케일의 질화붕소 분말을 사용하며, 열플라즈마 제트에 상기 마이크로 스케일의 질화붕소 분말을 공급하여 기화시킴으로써 이로부터 질화붕소 나노분말을 제조해 낸다.
- [0042] 이때, 상기 단계 2에서 원료분말로써 공급되는 마이크로 스케일의 질화붕소 분말은 이송기체와 함께 원료 분말

공급장치(powder feeder)로부터 플라즈마 토치로 공급되며, 상기 마이크로 스케일의 질화붕소 분말은 도 2에 도시한 그림과 같이, 플라즈마 토치 양극의 노즐을 통해 열플라즈마 제트의 고온부로 공급될 수 있다. 즉, 도 2의 그림을 통해 도시한 바와 같이, 열플라즈마 제트의 고온부로 마이크로 스케일의 질화붕소 분말을 공급함으로써 분말의 급속한 기화를 유도해낼 수 있으며, 기화된 분말은 열플라즈마 제트의 꼬리 부분에서부터 급냉되어 나노 분말로 회수될 수 있다.

[0043] 이때, 마이크로 스케일의 질화붕소 분말을 열플라즈마 제트의 고온부로 공급하지 않는 경우에는, 원료물질인 마이크로 스케일의 질화붕소 분말이 완전히 기화되지 못하기 때문에 원료분말이 미반응 상태로 배출되거나, 원료 분말과 비슷한 크기의 분말이 제조되는 문제가 있다.

[0044] 즉, 본 발명에서 사용하고 있는 열플라즈마는 수 천에서 수 만K의 온도를 얻을 수 있으며, 상기 열플라즈마의 제트의 중심부는 가장 높은 온도인 초고온부에 해당된다. 이때, 상기 열플라즈마의 중심부로부터 주변 영역의 온도 분포는 급격한 온도 기울기를 가짐으로서 상대적으로 열플라즈마 제트 중심부보다 주변 영역의 온도는 낮다. 그렇기 때문에, 원료분말인 마이크로 스케일의 질화 붕소 분말에 충분한 에너지와 열을 공급하기 위해서는, 원료분말의 플라즈마 내부 주입시에는 열플라즈마 제트의 고온부로 공급하여야만 한다. 이때, 열플라즈마의 고온부로 원료 분말을 공급하지 않는 경우에는, 질화붕소 분말이 고온부가 아닌 주변 영역을 거쳐 반응하게 되며, 이에 따라 질화붕소 분말이 고온부로 주입하였을 때보다 충분한 열과 에너지를 전달 받지 못하기 때문에 미반응 상태로 배출되거나, 원료분말과 비슷한 크기의 분말이 제조되는 문제가 발생될 수 있다.

[0045] 한편, 상기 단계 2의 마이크로 스케일 질화붕소 분말은 특별히 그 크기를 한정하는 것은 아니며, 시중에서 구할 수 있는 마이크로 스케일의 질화붕소 분말이 사용될 수 있다. 다만, 분말의 기화를 원활하게 수행하고, 공급을 용이하게 하기 위하여, 바람직하게는 10 내지 30 μm 크기의 질화붕소 분말이 사용될 수 있으나 상기 마이크로 스케일 질화붕소 분말의 크기가 이에 제한되는 것은 아니다.

[0046] 본 발명에 따른 질화붕소 나노분말의 제조방법에 있어서, 단계 3은 상기 단계 2에서 기화된 질화붕소를 냉각시켜 질화붕소 나노분말을 제조하는 단계이다.

[0047] 전술한 바와 같이, 상기 단계 2까지 수행되어 원료분말인 마이크로 스케일의 질화붕소 분말은 기화된 상태로 존재하게 된다. 이때, 상기 단계 3에서는 기화된 질화붕소를 급속히 냉각시켜 질화붕소 나노분말을 제조한다.

[0048] 즉, 도 2의 그림에서 도시한 바와 같이, 단계 2에서는 열플라즈마 제트의 고온부로 마이크로 스케일의 질화붕소 분말을 공급되어 분말이 급속히 기화되며, 기화된 질화붕소는 도 2의 그림 중 열플라즈마 제트의 꼬리 부분에서부터 급냉되기 시작하여 질화붕소 나노분말이 제조되게 되며, 제조된 질화붕소 나노분말은 반응챔버의 측벽을 통해 회수될 수 있다.

[0049] 상기한 바와 같이, 열플라즈마를 통해 질화붕소 나노분말을 제조하는 이진 발명의 제조방법은 종래의 제조방법들과 비교하여 그 공정이 매우 간단하며, 빠른 시간 내에 원료분말의 기화 및 냉각이 수행됨에 따라 고순도의 질화붕소 나노분말을 빠른 시간 내에 대량으로 생산해낼 수 있는 효과가 있다.

[0050] 한편, 본 발명은

[0051] 상기 제조방법을 통해 제조되는 질화붕소 나노분말을 제공한다.

[0052] 본 발명에 따른 질화붕소 나노분말은 열플라즈마를 통해 마이크로 스케일의 분말로부터 나노사이즈로 제조된 것으로서, 암모니아, 붕소를 포함하는 전구체 물질 등이 사용되지 않기 때문에, 고순도로 제조될 수 있다.

[0053] 또한, 본 발명에 따른 질화붕소 나노분말은 구형일 수 있으며, 이러한 구형의 질화붕소 나노분말은 폴리머와 혼합하여 방열소재 등의 제조에 사용도리 수 있다.

- [0054] 이하, 본 발명을 하기의 실시예에 의해 더욱 상세히 설명한다. 단, 하기의 실시예는 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예에 의해 제한되는 것은 아니다.
- [0055] <실시예 1> 질화붕소 나노 분말의 제조 1
- [0056] 단계 1: 도 1에 나타낸 비이송식 열플라즈마 제트 장치에 플라즈마 발생가스로 아르곤을 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시켰다.
- [0057] 이때, 상기 아르곤은 15 L/min의 유량으로 공급되었으며, 발생된 열플라즈마 제트의 출력은 7.8 kW(전압 : 26.0 V, 전류 : 300 A)를 나타내었다.
- [0058] 단계 2: 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트로 평균입자크기가 17.25 μm 인 질화붕소 분말을 공급하였으며, 이를 통해 상기 질화붕소 분말을 기화시켰다.
- [0059] 단계 3: 상기 단계 2에서 기화된 질화붕소를 급냉시켜 질화붕소 나노분말을 제조한 후, 챔버의 측벽을 통해 제조된 질화붕소 나노분말을 회수하였다.
- [0060] <실시예 2> 질화붕소 나노 분말의 제조 2
- [0061] 상기 실시예 1의 단계 1에서 플라즈마 발생가스로 아르곤과 질소의 혼합가스를 사용하고, 하기의 조건으로 열플라즈마 제트를 발생시킨 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 질화붕소 나노 분말을 제조하였다.
- [0062] 혼합가스 유량비 : 아르곤 14 L/min, 질소 1 L/min
- [0063] 열플라즈마 제트 출력 : 10.6 kW(전압 : 35.4 V, 전류 : 300 A)
- [0064] <실시예 3> 질화붕소 나노 분말의 제조 3
- [0065] 상기 실시예 1의 단계 1에서 플라즈마 발생가스로 아르곤과 질소의 혼합가스를 사용하고, 하기의 조건으로 열플라즈마 제트를 발생시킨 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 질화붕소 나노 분말을 제조하였다.
- [0066] 혼합가스 유량비 : 아르곤 12 L/min, 질소 3 L/min
- [0067] 열플라즈마 제트 출력 : 13.5 kW(전압 : 45.7 V, 전류 : 300 A)
- [0068] <실시예 4> 질화붕소 나노 분말의 제조 4
- [0069] 상기 실시예 1의 단계 1에서 플라즈마 발생가스로 아르곤과 질소의 혼합가스를 사용하고, 하기의 조건으로 열플라즈마 제트를 발생시킨 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 질화붕소 나노 분말을 제조하였다.
- [0070] 혼합가스 유량비 : 아르곤 10 L/min, 질소 5 L/min
- [0071] 열플라즈마 제트 출력 : 13.4 kW(전압 : 54.6 V, 전류 : 254 A)

[0072] <비교예 1 ~ 2>

[0073] 상기 실시예 1의 단계 1에서 플라즈마 발생가스로 아르곤과 질소의 혼합가스를 사용하고, 하기의 조건들로 열플라즈마 제트를 발생시켰다. 그러나, 과량의 질소가 사용됨에 따라 플라즈마의 전압이 과도하게 높아졌으며, 이에 따른 저항이 과도하게 높아짐에 따라 플라즈마 발생장치의 최대 용량을 초과하여 질화붕소 나노 분말을 제조할 수 없었다.

[0074] 혼합가스 유량비 : 아르곤 7.5 L/min, 질소 7.5 L/min(비교예 1)

[0075] 혼합가스 유량비 : 아르곤 5 L/min, 질소 10 L/min(비교예 2)

표 1

[0076]	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	비교예 1	비교예 2
플라즈마 발생가스 [L/min]	Ar (15)	Ar (14)/ N ₂ (1)	Ar (12)/ N ₂ (3)	Ar (10)/ N ₂ (5)	Ar (7.5)/ N ₂ (7.5)	Ar (5)/ N ₂ (10)
전압 [V]	26.0 V	35.4 V	45.7 V	54.6 V	59.2 V	58.7 V
전류 [A]	300 A	300 A	300 A	254 A	-	-
열플라즈마 출력 [kW]	7.8 kW	10.6 kW	13.5 kW	13.4 kW	-	-

[0077] <실험예 1> 질화붕소 분말의 X-선 회절 분석

[0078] 본 발명에 따라 제조된 질화붕소 나노분말과, 원료분말로 사용된 마이크로 스케일의 질화붕소 분말을 X선 회절 분석(X-ray diffractometer)하였고, 그 결과를 도 3 및 도 4에 나타내었다.

[0079] 도 3에 나타난 마이크로 스케일의 원료분말과, 도 4에 나타난 질화붕소 나노분말의 분석결과를 비교하여 보면, 실시예 1 내지 4에서 제조된 질화붕소 나노분말은 모두 원료분말과 동일한 질화붕소 피크를 나타내고 있음을 알 수 있다.

[0080] 다만, 실시예 1, 2 및 4의 경우 몇몇 불순물 피크가 관측되는 반면, 실시예 3의 경우, 질화붕소에 해당하는 피크만이 관측되는 것을 알 수 있다.

[0081] 이는 실시예 1 및 2의 경우, 실시예 3 및 4와 비교하여 열플라즈마 제트의 출력이 상대적으로 낮음에 따라 원료 분말의 기화가 원활하게 수행되지 않았기 때문으로써, 대량의 원료분말이 공급되는 경우, 분말의 기화를 원활하게 수행하기 위하여 고출력의 열플라즈마 제트가 요구되는 것을 알 수 있다.

[0082] 또한, 질소 유량이 상대적으로 많은 실시예 4 역시 일부 불순물($2\theta = 14^\circ$)이 검출되는바, 고출력의 열플라즈마 제트가 사용된다 하더라도 질소가 과량으로 사용되는 경우, 상대적으로 낮은 순도의 질화붕소 나노분말이 제조될 수 있음을 알 수 있다.

[0083] <실험예 2> 질화붕소 분말의 주사전자현미경 분석

[0084] 본 발명에 따라 제조된 질화붕소 나노분말과, 원료분말로 사용된 마이크로 스케일의 질화붕소 분말을 주사전자현미경(SEM)을 통해 관찰하였고, 그 결과를 도 5 내지 7에 나타내었다.

[0085] 도 5에 나타난 바와 같이, 본 발명에서 원료분말로 사용된 마이크로 스케일의 질화붕소 분말은 수 내지 수십 마이크로 크기의 입자들로 구성되어 있는 것을 알 수 있다.

[0086] 한편, 도 6에 도시한 바와 같이, 본 발명의 실시예 1 및 2에서 제조된 질화붕소 나노분말은 그 크기가 수십 내지 수백 nm 사이즈의 입자들로 구성되어 있는 것을 알 수 있다. 다만, 실시예 1 및 2의 질화붕소 나노분말은 입

자가 완전한 구형을 나타내고 있지는 않았다.

[0087]

반면, 도 7에 도시한 바와 같이, 본 발명의 실시예 3 및 4에서 제조된 질화붕소 나노분말은 그 크기가 수 내지 수십 nm사이의 입자들로 구성되어 있음을 알 수 있으며, 입자의 형태 또한 완전한 구형을 나타내고 있음을 알 수 있다.

[0088]

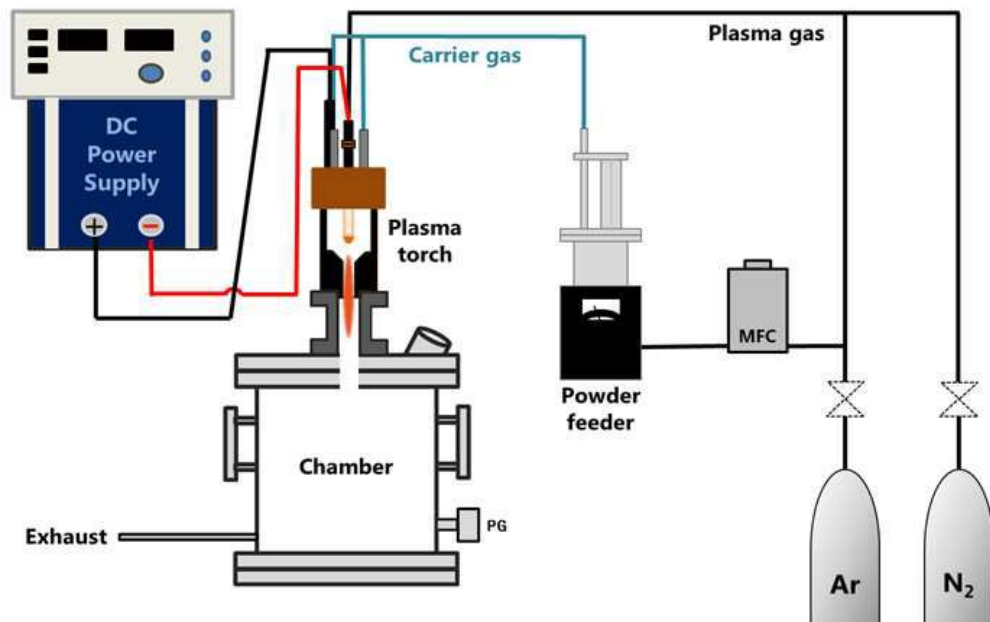
이때, 상기의 분석결과로부터 실시예 1 및 2의 경우, 나노사이즈의 질화붕소 분말이 제조되긴 하였으나, 열전도도가 높은 질소 가스의 사용이 충분치 않아 열전달이 원활하게 이루어지 않았고, 상대적으로 낮은 열플라즈마 출력으로 인하여 완전한 구형의 나노 분말이 제조되지 않았음을 알 수 있다.

[0089]

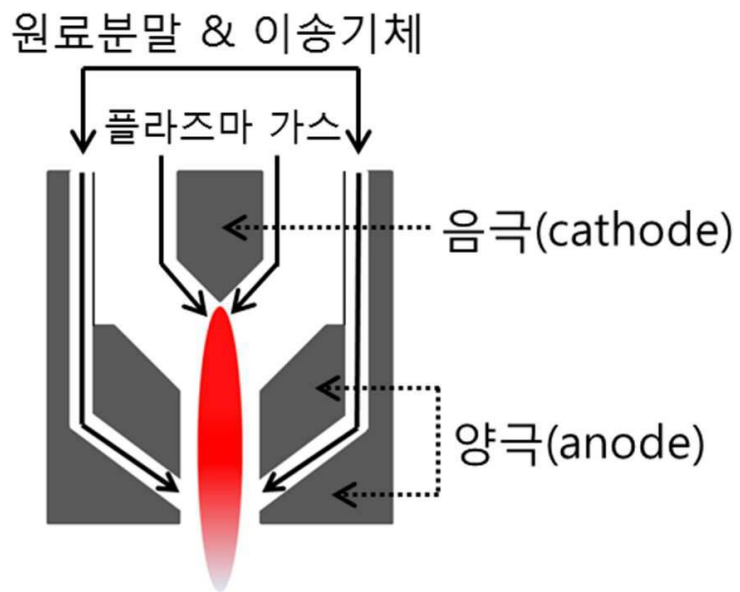
또한, 실시예 3 및 4의 경우, 열전도도가 높은 질소가 충분히 사용됨에 따라, 열전달이 원활하게 이루어졌으며, 고출력의 열플라즈마 제트에 의하여 원료분말의 기화가 원활하게 수행됨에 따라 구형의 질화붕소 나노분말이 제조된 것을 알 수 있다.

도면

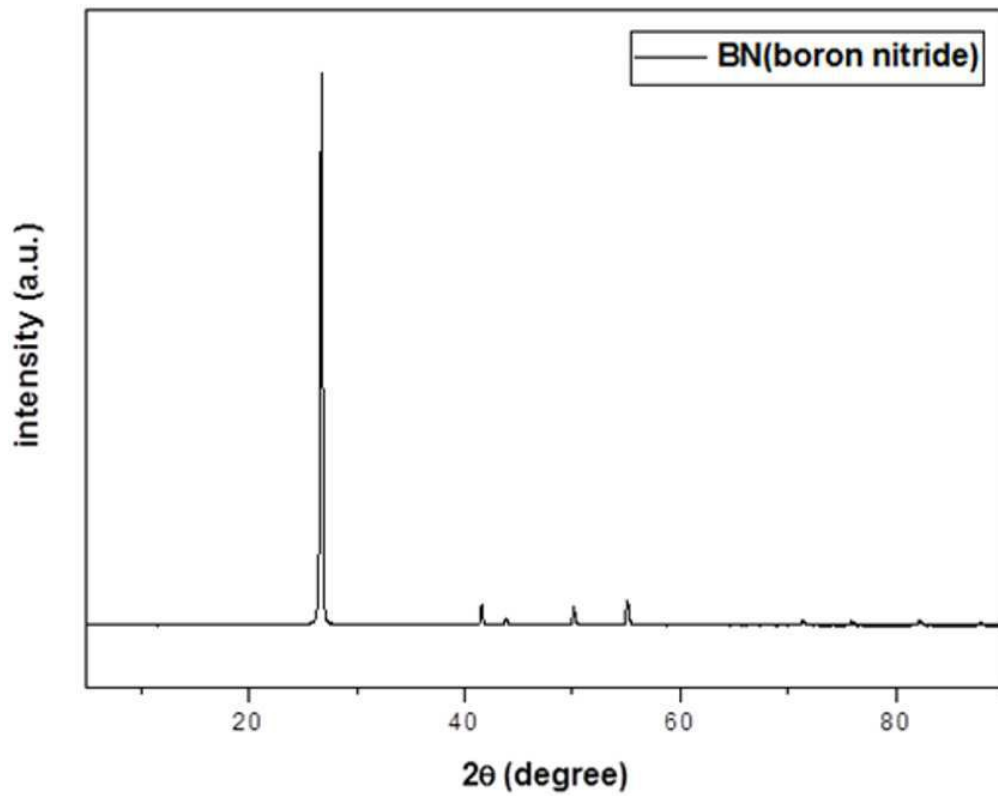
도면1



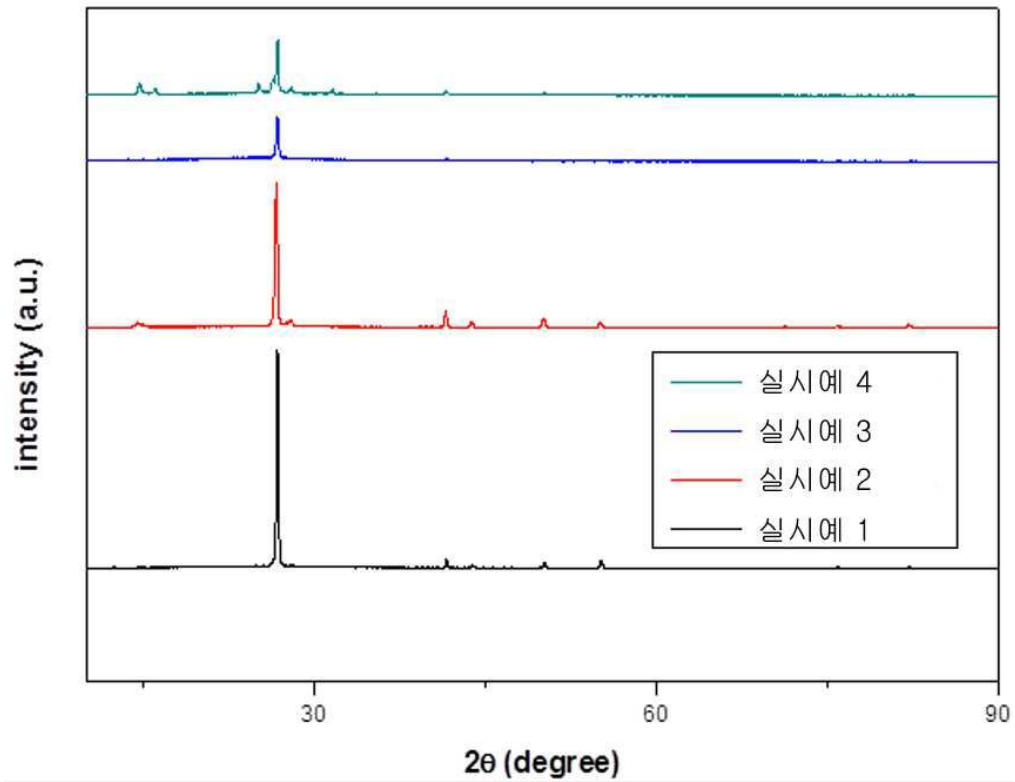
도면2



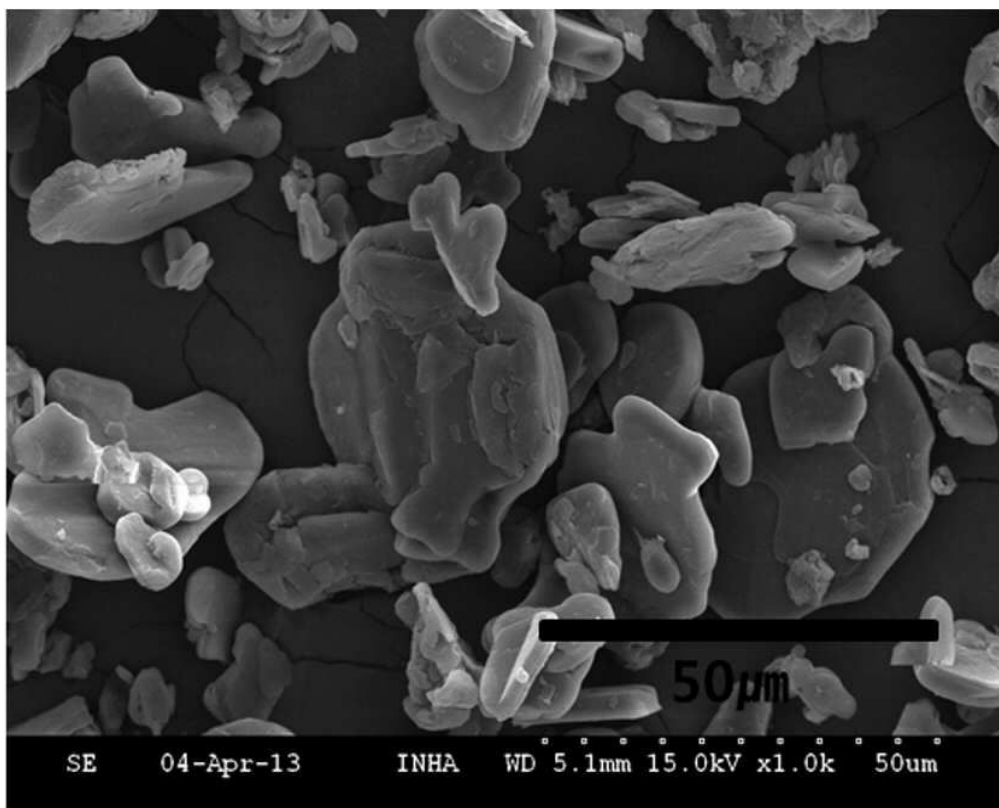
도면3



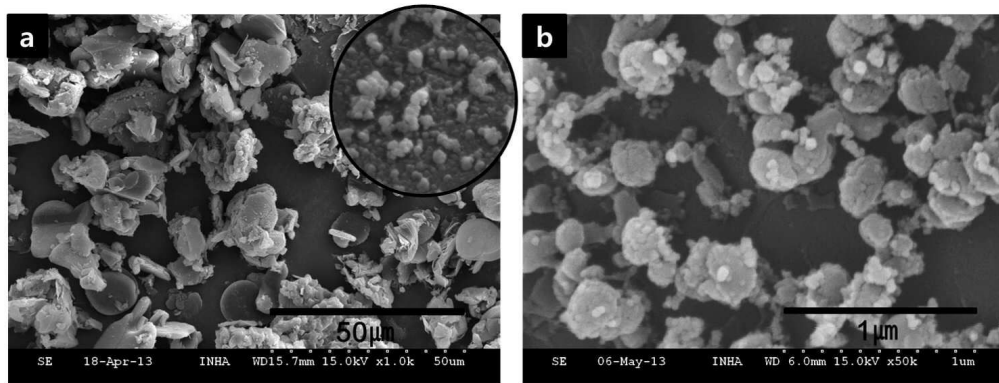
도면4



도면5



도면6



도면7

