



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2016-0049093
(43) 공개일자 2016년05월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 35/08 (2006.01) *B82B 3/00* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-0144966
(22) 출원일자 2014년10월24일
심사청구일자 2014년10월24일

(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
김태희
경기 부천시 소사구 중동로 64, 109동 301호 (송내동, 중동역푸르지오아파트)
(74) 대리인
이원희

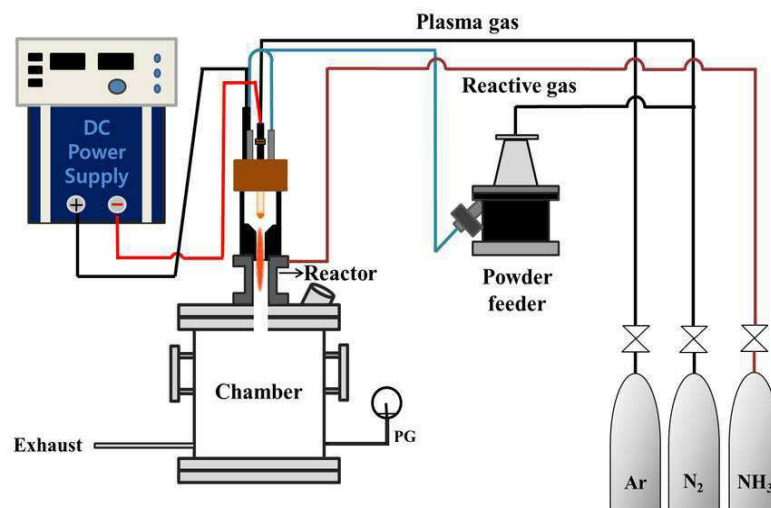
전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 열플라즈마를 이용한 입방질화붕소 나노분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 입방질화붕소 나노분말

(57) 요약

본 발명은 열플라즈마 제트 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1); 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 산화붕소(Boron oxide) 및 멜라민(Melamine)을 혼합한 분말을 토치(torch) 내부의 양극 노즐을 통해 공급하여 기화시키는 단계(단계 2); 상기 열플라즈마 제트의 반응관(reactor)으로 반응가스를 주입하는 단계(단계 3); 및 상기 단계 2에서 기화된 분말을 냉각시키는 단계(단계 4);를 포함하는 열플라즈마 제트를 이용한 입방질화붕소 나노분말의 제조방법을 제공한다. 또한 본 발명은 산화붕소(Boron oxide) 및 멜라민(Melamine)을 혼합한 분말을 열플라즈마 처리함으로써 입방질화붕소 나노분말을 빠르게 제조할 수 있는 장점이 있다.

대표도 - 도2



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 50113-1

부처명 산업통상자원부

연구관리전문기관 한국산업기술진흥원

연구사업명 지역혁신센터(RIC)

연구과제명 질소산화물과 황산화물 동시제거를 위한 플라즈마 공정 개발

기 여 율 1/1

주관기관 인하대학교 산학협력단

연구기간 2014.03.01 ~ 2015.02.28

명세서

청구범위

청구항 1

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

상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 산화붕소(Boron oxide) 및 멜라민(Melamine)을 혼합한 분말을 토치(torch) 내부의 양극 노즐을 통해 공급하여 기화시키는 단계(단계 2);

상기 열플라즈마 제트의 반응관(reactor)으로 반응가스를 주입하는 단계(단계 3); 및

상기 단계 2에서 기화된 분말을 냉각시키는 단계(단계 4);를 포함하는 열플라즈마 제트를 이용한 입방질화붕소 나노분말의 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서, 상기 단계 1의 열플라즈마 제트 발생가스는 아르곤(Ar) 및 질소(N₂)의 혼합가스인 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 입방질화붕소 나노분말의 제조방법.

청구항 3

제 2항에 있어서, 상기 아르곤의 유량은 10 내지 15 L/min이고, 상기 질소의 유량은 1 내지 3 L/min 인 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 입방질화붕소 나노분말의 제조방법.

청구항 4

제 1항에 있어서, 상기 단계 2에서 산화붕소 및 멜라민의 몰 비율은 1:0.3 내지 1:1 인 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 입방질화붕소 나노분말의 제조방법.

청구항 5

제 1항에 있어서, 상기 단계 4에서 반응가스는 암모니아를 사용하는 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 입방질화붕소 나노분말의 제조방법.

청구항 6

제 5항에 있어서, 상기 반응가스의 유량은 3 내지 7 L/min인 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 입방질화붕소 나노분말의 제조방법.

청구항 7

제 1항의 제조방법을 통해 제조되는 입방질화붕소 나노분말.

청구항 8

제 7항에 있어서, 상기 입방질화붕소 나노분말의 입자의 크기는 70 내지 150 nm인 것을 특징으로 하는 입방질화

붕소 나노분말.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 열플라즈마를 이용한 입방질화붕소 나노분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 입방질화붕소 나노분말에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 최근 나노기술의 나노입자에 관한 연구는 작은 입경인 수 nm 부터 수십 nm의 나노입자를 쉽게 합성할 수 있게 되었으나, 새로운 산업 소재의 창출을 가능하게 하려면 높은 기능성을 가지는 나노 입자를 빠르고 저렴하게 제조하는 방법의 개발이 필요한 실정이다. 이러한 산업화를 가능하게 하는 방법의 하나로써, 열 플라즈마에 의한 나노입자합성 방법이 있다.

[0003] 열플라즈마는 주로 아크 방전에 의해 발생시킨 전자, 이온, 중성입자로 구성된 기체로 구성입자가 1,000-20,000 ℃와 100-2,000 m/s를 갖는 고속의 제트 불꽃 형태를 이루고 있다. 이렇게 고온, 고열용량, 고속, 다량의 활성 입자를 갖는 열플라즈마의 특성을 이용하여, 재래식 기술에서는 만들 수 없는 다양하고 효율적인 고온 열원이나 물리화학 반응기(reactor)로 사용되어, 여러 산업분야에서 이용되고 있다. 또한 나노입자 중합과 나노구조 코팅의 증착에 많은 장점을 가지고 있다. 입경이 작은 것 외에는 준 안정성과 비평 조성의 나노입자 또는 조성이 제어된 합금이나 화합물의 나노입자를 합성할 수 있는 특징이 있으며, 특히, 고온과 높은 전원 밀도는 매우 높은 속도로 나노입자 생산 및 코팅을 할 수 있게 하며, 새로운 대량 생산 방법으로 산업에서 유용하게 사용될 수 있는 장점이 있다.

[0004] 열플라즈마의 대표적인 발생법으로서는 직류 또는 교류 아크방전을 발생하는 플라즈마 장치와 고주파(Radio Frequency) 자장에 의한 고주파 플라즈마가 주로 이용되고 있다.

[0005] 아크방전을 이용한 극간의 직류 또는 교류 아크방전에 의해 기체를 플라즈마화 하는 방법은, 플라즈마를 노즐상의 전극으로부터 고속 고온의 제트로서 분사시키는 플라즈마 토치 형식이 다양하게 고안되어 실용화되어 있다. 1950년대 초기에 현재 사용되고 있는 토치(torch)의 기본적 구조가 거의 확립되었고, 이후 플라즈마 공정의 발전에 큰 공헌을 하고 있다.

[0006] 가장 일반적인 형태는 제트 방식인 비이송(이행)식(non-transferred type)으로 텅스텐 음극 봉과 동 양극 노즐간의 직류 아크 방전을 이용하는 것, 관 형태의 동 전극간의 직류 또는 교류 아크방전을 이용하는 것이 있고, 자체를 인가해서 전극상의 아크 점을 회전 이동시켜서 전극의 손실을 방지하고 부수적으로 플라즈마를 회전시키는 것도 가능하며 메가와트 급의 출력의 토치가 개발되고 있다.

[0007] 이는 대상물을 양극으로 하며 토치의 음극에서 이것에 직접 아크를 집중하는 방식도 있으며, 이것을 이송(이행)식(transferred type)이라 불린다. 비이송(이행)식 은 주로 열분해 방식의 대기오염 물질처리 분야에서, 이송(이행)식은 주로 열 융합방식의 고형 폐기물처리 분야에 많이 활용되어 지고 있다.

[0008] 한편, 고체 분말을 원료로 하는 경우에는 세라믹이나 금속 등의 다양한 분말을 사용할 수 있다. 예를 들어, 다이아몬드에 버금가는 경도를 가지고 있고, 다이아몬드보다 열에 강한 입방질화붕소(Cubic Boron Nitride, c-BN)가 주목받고 있다.

[0009] 질화붕소는 여러 가지 상(phase)으로 존재하고 있지만 그 중에 입방 질화 붕소(c-BN)는 다이아몬드와 같은 구조를 가지고 있으며, 다른 상에 비해 물리적으로 단단하고 안정한 상태이고, 열전도성도 높고 고온에서도 화학적으로 활발하지 않아 안정하며 화학적 반응성이 낮고 내마모성이 높은 특징들을 가지고 있다.

- [0010] 입방질화붕소가 대표적으로 응용되고 있는 분야는 공구 커팅(cutting tool), 초합금(super alloy,) p- 타입 및 n- 타입의 반도체(semiconductors), 파쇄 용도(crushing application)등에 널리 사용되고 있다.
- [0011] 또한 입방질화붕소 나노 입자는 부피 대비하여 높은 표면적으로 인해 여러 곳에 사용할 수 있으며 마모에 의한 손상도가 적으며 화학적 결합이 낮기 때문에 표면 상태가 깨끗하고 불순물이 적다. 그렇기 때문에 다이아몬드의 대체 재료로 여러 분야에서 사용이 가능하다.
- [0012] 상기와 같이 다양한 산업분야에서 사용되고 있는 입방질화붕소는 입자의 크기가 작게는 수백 나노에서 크게는 수십 마이크로까지 다양한 크기들로 요구되고 있으나, 이의 합성이 어렵고 설비관리가 어려운 문제가 있었다.
- [0013] 이에, 본 발명자들은 입방질화붕소 나노 분말을 간단하게 제조할 수 있는 방법을 연구하던 중, 산화붕소(Boron oxide)와 멜라민(Melamine)을 혼합한 분말을 열플라즈마 처리하여 입방질화붕소 나노분말을 빠르게 제조할 수 있는 방법을 개발하여 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0014] 본 발명의 목적은 열플라즈마를 이용한 입방질화붕소(Cubic Boron Nitride) 나노분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 입방질화붕소 나노분말을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

- [0015] 상기 목적을 달성하기 위하여,
- [0016] 본 발명은
- [0017] 열플라즈마 제트 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1);
- [0018] 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 산화붕소(Boron oxide) 및 멜라민(Melamine)을 혼합한 분말을 토치(torch) 내부의 양극 노즐을 통해 공급하여 기화시키는 단계(단계 2);
- [0019] 상기 열플라즈마 제트의 반응관(reactor)으로 반응가스를 주입하는 단계(단계 3); 및
- [0020] 상기 단계 2에서 기화된 분말을 냉각시키는 단계(단계 4);를 포함하는 열플라즈마 제트를 이용한 입방질화붕소 나노분말의 제조방법을 제공한다.
- [0021] 또한 본 발명은,
- [0022] 상기 제조방법을 통해 제조되는 입방질화붕소 나노분말을 제공한다.

발명의 효과

- [0023] 본 발명은 산화붕소(Boron oxide) 및 멜라민(Melamine)을 혼합한 분말을 열플라즈마 처리함으로써 입방질화붕소 나노분말을 빠르게 제조할 수 있으며, 상기 산화붕소 및 멜라민에 포함된 탄소, 산소, 수소원자들이 CO₂, CO, NO, CH₄ 와 같은 발열 가스로 생성됨으로써 열전달을 더 향상시킬 수 있고 이로 인해 합성된 입방질화붕소의 성장시간을 늘려줄 수 있어, 결과적으로 분말의 결정 및 크기를 조절할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0024] 도 1은 열플라즈마 제트 발생장치에서 발생된 열플라즈마로 원료분말을 주입하는 과정을 나타낸 그림이고;
- 도 2는 본 발명에 따른 입방질화붕소 나노분말 합성을 위한 비 이송식(Non-Transferred) 플라즈마 장치도를 도식화한 그림이고;
- 도 3은 실시예 1에서 제조된 입방질화붕소와 원료분말로 사용된 산화붕소 및 멜라민을 X-선 회절 분석(X-ray diffraction, XRD)한 그래프이고;
- 도 4는 산화붕소 및 실시예 1에서 제조된 입방질화붕소 나노분말을 주사전자현미경(Scanning electron microscope, SEM)을 통해 관찰한 사진이고;
- 도 5는 실시예 1에서 제조된 입방질화붕소 분말을 투과전자현미경(Transmission Electron Microscope, TEM)을 통해 관찰한 사진이고;
- 도 6은 실시예 1에서 제조된 입방질화붕소 분말을 제한시야 회절 분석(Selected area (electron) diffraction, SAED)한 사진이고;
- 도 7은 실시예 1에서 제조된 입방질화붕소 분말을 주사전자현미경 및 에너지 분산 분광 분석(energy-dispersive spectrometry, EDS)한 사진 및 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0025] 이하, 본 발명에 대하여 상세히 설명한다.
- [0026] 본 발명은,
- [0027] 열플라즈마 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1);
- [0028] 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 산화붕소(Boron oxide) 및 멜라민(Melamine)을 혼합한 분말을 토치(torch) 내부의 양극 노즐을 통해 공급하여 기화시키는 단계(단계 2);
- [0029] 상기 열플라즈마 제트의 반응관(reactor)으로 반응가스를 주입하는 단계(단계 3); 및
- [0030] 상기 단계 2에서 기화된 분말을 냉각시키는 단계(단계 4);를 포함하는 열플라즈마(thermal plasma)를 이용한 입방질화붕소 나노분말의 제조방법을 제공한다.
- [0031] 본 발명에 따른 입방질화붕소 나노분말의 제조방법에 있어서, 열플라즈마 제트를 이용하여 제조된다.
- [0032] 도 2는 본 발명에 따른 입방질화붕소 나노분말 합성을 위한 비 이송식(Non-Transferred) 플라즈마 장치도를 도식화한 것으로서, 상기 비이송식 열플라즈마 장치는 원료분말을 기화시키기 위한 열원을 공급하는 플라즈마 토치(Plasma torch); 상기 플라즈마 토치의 일측으로 구비되어 장치로 전원을 공급하는 직류전원급장치(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.
- [0033] 또한 본 발명에 따른 열플라즈마 제트를 이용한 입방질화붕소 나노분말의 제조방법에 있어서, 상기 단계 1은 열플라즈마 제트 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계이다.
- [0034] 이는 입방질화붕소 나노분말을 제조하기 위한 원료분말을 기화시킬 수 있도록 열플라즈마 제트를 발생시키는 것으로서, 상기 열플라즈마는 도 2에 도시한 바와 같이, 비이송식(Non-Transferred) 열플라즈마 장치를 사용하여 발생될 수 있으며, 도 1에 나타난 바와 같이, 상기 양극 노즐과 음극봉 사이에 플라즈마 발생가스가 공급되어 열플라즈마 제트가 발생될 수 있다.

- [0035] 상세하게는, 상기 열플라즈마의 발생은 음극과 양극 노즐 사이에 직류 아크방전을 생성시키고, 후방으로부터 플라즈마 발생가스를 선회류로서 흘러보내어 열플라즈마 제트 발생가스가 아크에 의해 가열되어 고온으로 승온되며, 이에 따라 양극 노즐에서는 격렬한 열플라즈마 제트류가 분출된다.
- [0036] 한편, 상기 단계 1의 플라즈마 발생가스는 아르곤(Ar) 및 질소(N₂)의 혼합가스를 사용할 수 있다. 상기 아르곤(Ar)은 비교적 적은 에너지에 의해서도 전자의 방출이 용이하며, 다른 가스와 반응하지 않아 부산물을 생성시키지 않는 장점이 있다. 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. 이때, 상기 아르곤의 유량은 10 내지 15 L/min이고, 상기 질소의 유량은 1 내지 3 L/min이 바람직하다. 만약 아르곤 및 질소가스의 유량이 상기 범위를 벗어날 경우, 고출력의 열플라즈마를 생성시킬 수 없는 문제가 있다.
- [0037] 또한, 상기 단계 2는 산화붕소(B₂O₃) 및 벨라민(B₂O₃)을 혼합한 분말을 토치 내부의 양극노즐을 통해 공급하여 기화시키는 단계이다.
- [0038] 본 발명에서는, 입방질화붕소 나노분말을 제조하기 위한 원료분말로서 산화붕소 및 벨라민을 혼합하여 사용할 수 있다. 산화붕소의 분말을 원료로 하여, 큰 입자를 잘게 분쇄하여 벨라민과 골고루 혼합할 수 있으며, 원료를 잘게 분쇄한 것은 양극내의 두 개의 노즐을 통해 주입하기 위해서이다.
- [0039] 또한 상기 마이크로 스케일 질화붕소 분말은 특별히 그 크기를 한정하는 것은 아니나, 분말의 기화를 원활하게 수행하고 공급을 용이하게 하기 위하여, 바람직하게는 100 내지 500 μ m 크기의 질화붕소 분말이 사용될 수 있다.
- [0040] 이때, 상기 산화붕소 및 벨라민의 물 비율은 1:0.3 내지 1:1 일 때 바람직하다. 만약 산화붕소 및 벨라민의 물 비율이 상기 범위를 벗어나는 비율로 혼합되는 경우, 반응 중 산화붕소 및 벨라민 중 한 가지 성분만이 남게 되어 반응이 거의 일어나지 않게 되는 문제가 발생할 수 있다.
- [0041] 이렇게 혼합된 원료 물질은 이송기체와 함께 분말 공급장치(powder feeder)에 의해 토치 내부 양극 노즐을 통해 열플라즈마 제트 내부로 주입될 수 있으며, 이러한 방법의 개략도를 도 1에 나타냈다.
- [0042] 주입된 상기 원료물질은 용융점이 낮기 때문에 열플라즈마 제트 내부로 주입되어 불꽃을 거쳐 쉽게 기화될 수 있다. 또한 상기 이송기체로는 질소를 사용할 수 있으며 유량은 1 내지 5 L/min인 것이 바람직하다.
- [0043] 상기 단계 3은 상기 열플라즈마 제트의 반응관(reactor)으로 반응가스를 주입하는 단계로서, 산화붕소와 벨라민의 질화 반응을 돕기 위해서 반응가스로 암모니아를 사용할 수 있으며, 플라즈마 제트의 수직방향인 반응관 옆에서 주입할 수 있다. 이때, 상기 반응가스의 유량은 3 내지 7 L/min인 것이 바람직하다.
- [0044] 상기 단계 4는 상기 단계 2에서 기화된 분말을 냉각시키는 단계로서, 원료 분말이 기화된 후, 급랭에 의해 반응관 내부 벽면에서 포집하여 입방질화붕소 나노분말을 얻을 수 있다.
- [0045] 즉, 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 입방질화붕소 나노분말이 제조될 수 있고, 상기 제조된 입방질화붕소 나노분말은 반응관 내부 벽면에서 회수될 수 있다.
- [0046] 한편, 플라즈마 제트가 급격한 온도 구배를 가지므로 빠르게 급랭되어 미세한 나노 분말을 합성할 수 있는 장점이 있다.
- [0047] 한편, 본 발명은
- [0048] 상기 제조방법을 통해 제조되는 입방질화붕소 나노분말을 제공한다.
- [0049] 본 발명에 따른 입방질화붕소 나노분말은 열플라즈마를 통해 마이크로 스케일의 분말로부터 나노사이즈로 제조

된 것으로써, 암모니아 및 붕소를 포함하는 전구체 물질 등이 사용되지 않기 때문에, 고순도로 제조될 수 있다.

[0050] 또한, 입방질화붕소 나노분말을 제조하기 위한 산화붕소 원료의 입자의 크기는 마이크로 스케일이고, 상기 입방 질화붕소 나노분말의 입자의 크기는 70 내지 150 nm인 것이 바람직하다.

[0051] 상기 원료들에 포함된 탄소, 산소 및 수소원자가 CO₂, CO, NO, CH₄와 같은 발열 가스로 생성됨으로서 열전달을 더 향상시킬 수 있고, 이로 인해 합성된 입방질화붕소의 성장시간을 늘려줄 수 있으며, 이로 인해 합성된 분말의 결정 및 크기를 증가시킬 수 있는 장점이 있다.

[0052] 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.

[0053] <실시예 1> 입방질화붕소 나노 분말의 제조

[0054] 단계 1: 도 1에 나타난 비이송식 열플라즈마 제트 장치에 플라즈마 발생가스로 아르곤 및 질소의 혼합가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시켰다.

[0055] 이때, 상기 아르곤은 13 L/min, 질소는 2 L/min의 유량으로 공급되었으며, 발생된 열플라즈마 제트의 출력은 13.5 kW(전압 : 26.0 V, 전류 : 300 A)를 나타내었다.

[0056] 단계 2: 산화붕소의 분말 (평균크기: 300 μm)을 원료로 하였으며, 큰 입자를 막자 사발로 잘게 분쇄하여 멜라민과 골고루 혼합하였다. 이때, 상기 산화붕소 및 멜라민은 3 : 1 mol로 혼합되었다. 이 후 상기 혼합된 원료 분말을 토치 내부의 양극내의 내경이 2 mm인 두 개의 노즐을 통해 질소가스와 함께 공급하여 열플라즈마 제트 내부로 주입하였으며, 이를 통해 상기 혼합 분말을 기화시켰다. 이때, 상기 질소가스는 3.5 L/min 유량으로 공급되었다.

[0057] 또한 상기 산화붕소와 멜라민의 질화 반응을 돕기 위해서 반응가스로 암모니아를 사용하였으며 플라즈마 제트의 수직방향인 반응관 옆에서 주입하였다.

[0058] 단계 3: 상기 단계 2에서 기화된 분말은 급랭에 의해 반응관 내부 벽면에서 포집 되어 입방질화붕소 나노분말을 제조하였다.

[0059] 상기 단계 1 내지 3에서의 입방질화붕소 나노분말을 제조하기 위한 조건을 표 1에 나타내었다.

표 1

원료 물질	산화붕소(B ₂ O ₃) 및 멜라민(C ₃ H ₆ N ₆)
플라즈마 발생 가스 [l/min]	아르곤 (13) + 질소 (2)
반응 가스 [l/min]	암모니아 : 5
이송 기체 [l/min]	질소 : 3.5
플라즈마 제트의 출력[kW]	13.5

[0061] <실험예 1> 입방질화붕소 분말의 X-선 회절 분석

[0062] 상기 실시예 1에서 제조된 입방질화붕소 및 원료분말로 사용된 산화붕소 및 멜라민의 결정분석을 위해 X-선 회절 분석(X-ray diffraction, XRD)을 하였으며, 그 결과를 도 3에 나타내었다.

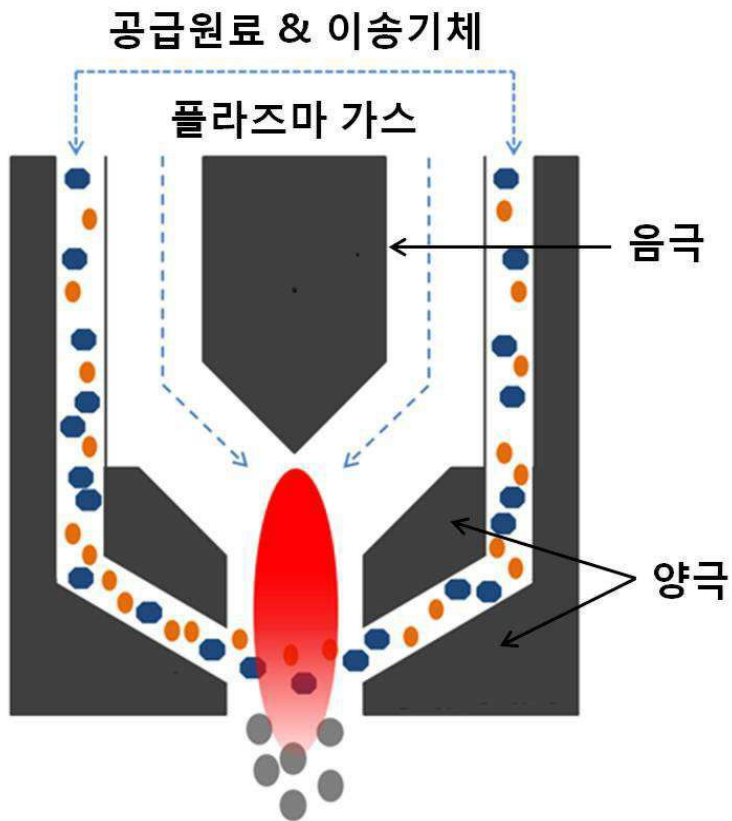
[0063] 도 3(a)는 실시예 1에서 제조된 입방질화붕소 나노분말, 도 3(b)는 산화붕소 원료, 도 3(c)는 멜라민 원료 각각의 XRD 패턴을 나타낸 것이다.

- [0064] 상기 도 3(a)에서 알 수 있듯이, 합성된 입방질화붕소의 경우 3개의 주 피크가 나타났으며 2θ 가 43.3, 50.4, 74.72° 에서 피크들이 나타났고 결정 격자면은 (1 1 1), (2 0 0), (2 2 0)로 나타났다. 2θ 가 21° 인 부근에서는 매우 낮은 강도로 산화붕소의 피크가 보였고, 이것은 미 반응된 산화붕소 원료로 판단되었고, 도 3(b) 및 (c)에 나타난 원료인 산화붕소 및 멜라민의 XRD 패턴으로 보아 산화붕소인 것을 확인할 수 있다. 한편, 미 반응된 멜라민은 확인되지 않았다.
- [0065] <실험예 2> 입방질화붕소 분말의 주사전자현미경 분석
- [0066] 상기 실시예 1에서 제조된 입방질화붕소의 미세구조를 분석하기 위하여, 주사전자현미경으로 관찰하였고, 결과를 도 4에 나타내었다.
- [0067] 도 4(a)는 산화붕소, 도 4(b) 및 (c)는 입방질화붕소의 주사전자현미경사진으로써, 도 4(a)의 산화붕소 원료의 크기는 수백 마이크로 크기의 입자들로 구성되어 있는 것을 알 수 있고, 약 300 μm 의 크기를 확인할 수 있다.
- [0068] 또한 도 4(b) 및 (c)에서 알 수 있듯이, 150 nm이내의 크기를 갖는 입방질화붕소나노 분말을 확인할 수 있다.
- [0069] <실험예 3> 입방질화붕소 분말의 투과전자현미경 분석
- [0070] 상기 실시예 1에서 제조된 입방질화붕소의 미세구조를 분석하기 위하여, 투과전자현미경(TEM)을 통해 관찰하였고, 그 결과를 도 5에 나타내었다.
- [0071] 도 5(a) 내지 (c)는 상기 실시예 1에서 제조된 산화붕소와 멜라민으로부터 입방질화붕소 분말을 용액에 분산시키지 않고, 분말 자체를 TEM grid에 얹어 분석하였다. 상기 도 5(a) 내지 (c)에서 알 수 있듯이, 입방질화붕소나노 분말들이 응집(agglomeration) 되어 있는 것을 관찰할 수 있고, 정확한 입자 형태를 띠고 있는 것을 확인할 수 있다.
- [0072] 또한 도 5(d)에서는 상기 실시예 1에서 제조된 입방질화붕소 분말을 메틸알코올 용액에 분산 후 TEM grid에 샘플링하여 건조시켜 확인한 투과전자현미경 사진이다.
- [0073] 일반적으로 입자를 고루 분산시키기 위한 TEM 샘플링은, 나노입자분말을 알코올 용액에 분산 시킨 후 grid에 올려 입자가 grid의 미세한 구멍에 고정되도록 한다. 그러나 도 5(d)의 TEM 사진에서 알 수 있듯이, 나노 분말들이 메틸알코올에 분산시키기 전인 도 5(a) 내지 (c)에 나타난 모양과 다른 입자형태로서, 나노 입자형태의 변형이 일어났음을 알 수 있다.
- [0074] 이 때 큐빅(cubic) 구조의 화학 결합 상태는 변하지 않았으며, 형태만 변형된 것임을 확인하였다. 따라서 본 발명에 따른 입방질화붕소의 경우 알코올 용액과 접촉할 때 형태의 변화가 일어난 것을 알 수 있었다.
- [0075] <실험예 4> 입방질화붕소 분말의 제한시야 회절 분석(Selected area (electron) diffraction)
- [0076] 상기 실시예 1에서 제조된 입방질화붕소 분말의 결정성을 분석하기 위하여 제한시야 회절 분석을(Selected area (electron) diffraction, SAED)하였고, 그 결과를 도 6에 나타내었다.
- [0077] 상기 도 6에 나타난 바와 같이, 제한시야 회절분석 패턴으로부터 결정화된 입방질화붕소를 확인할 수 있다.
- [0078] <실험예 5> 입방질화붕소 분말의 주사전자현미경 및 에너지 분산 분광 분석(energy-dispersive spectrometry, EDS)
- [0079] 상기 실시예 1에서 제조된 입방질화붕소 분말에 포함된 원소들을 확인하기 위해서 주사전자현미경 및 에너지 분산 분광 분석(energy-dispersive spectrometry, EDS) 분석을 수행하였으며, 그 결과를 도 7에 나타내었다.
- [0080] 상기 도 7(a) 및 (b)에 나타난 바와 같이, 입방질화붕소 분말은 붕소(B), 탄소(C), 질소(N) 및 산소(O) 원소들이 존재하였다. 이들 중에서 탄소는 SEM 샘플링을 위한 카본테이프(carbon tape)와 멜라민이 분해되어 탄소 형태로 존재하여 나타났다.

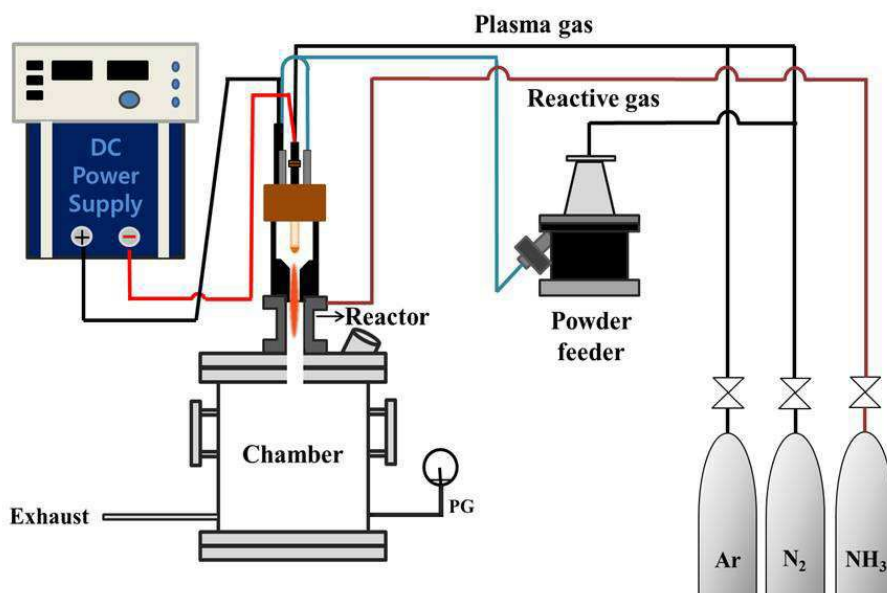
[0081] 산소피크는 상기 실험에 1의 XRD 분석에서 확인하였듯이, 미 반응물인 산화붕소로부터 발생된 것임을 확인하였으며, 상기 도 7에 나타난 EDS 결과로부터 붕소와 질소의 원소 비율은 (a) 1 : 0.92, (b) 1 : 0.56을 확인하였다.

도면

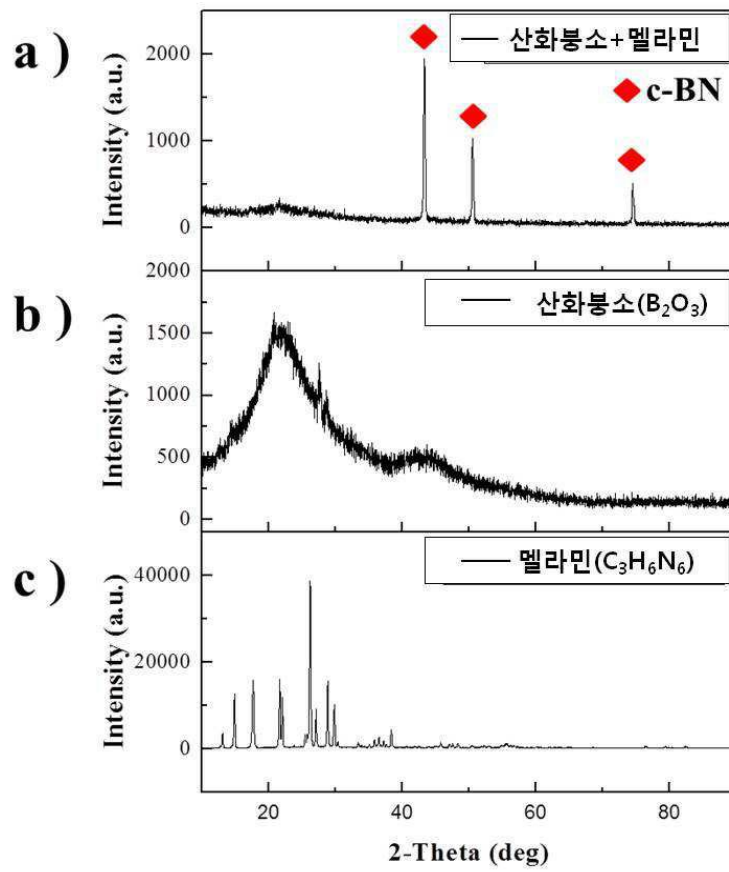
도면1



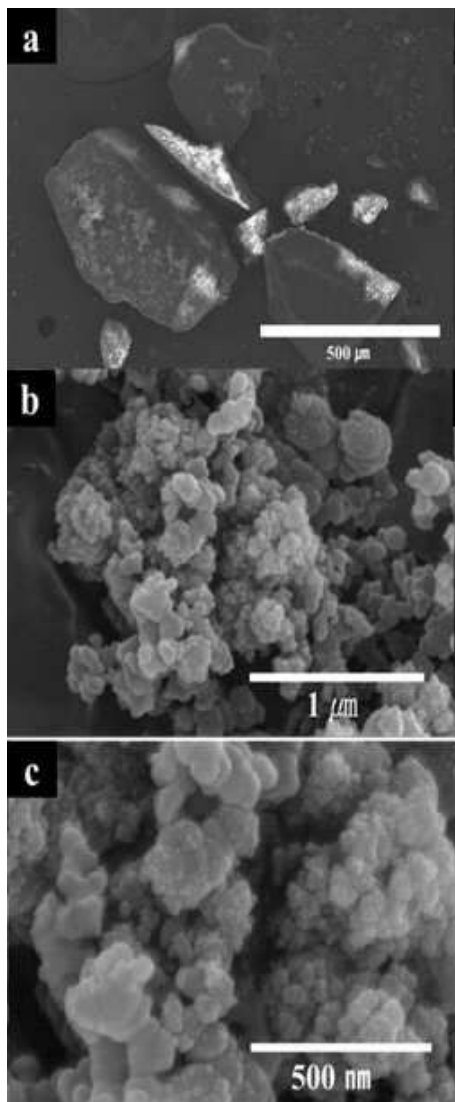
도면2



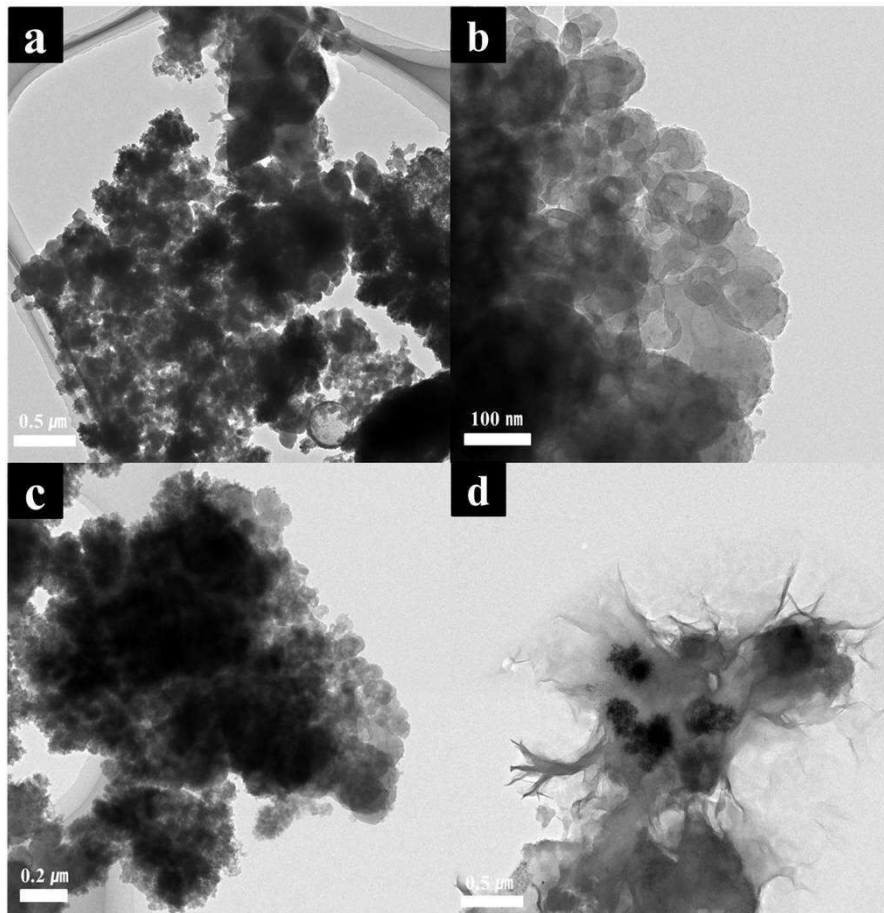
도면3



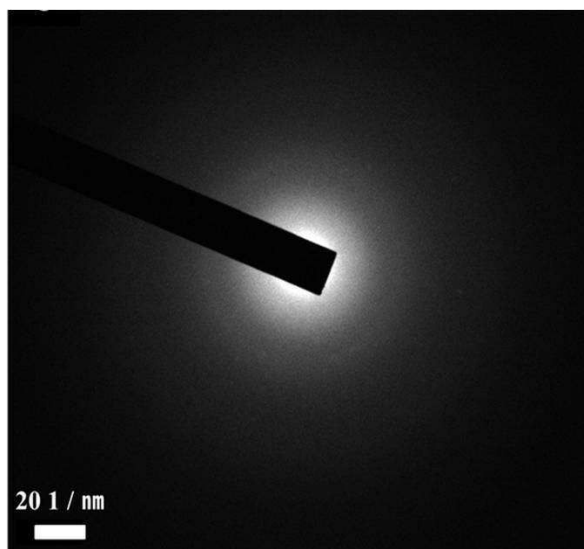
도면4



도면5



도면6



도면7

