

## SHS법을 이용한 Hexagonal Boron Nitride의 합성 및 반응변수에 의한 영향 (Effect of Reaction Parameters on the Formation of Hexagonal Boron Nitride via Self-Propagating High-Temperature Synthesis)

홍익대학교 황건호\*, 김용석  
(주)백산 김래은

### 1. 서론

BN은 화학적으로 안정하고 열적 안정성 및 전기 절연성이 우수하여 고온 이형체, 내화재로 사용이 급증하고 있으며 BN박막은 전기, 전자부품의 절연 및 고온 반도체재료로 활용되어지고 있다. 일반적으로 BN과 같은 질화물의 제조방법은 직접질화법, 환원질화법, 화학적 침출방법에 의해 제조되고 있으나 이 방법들은 고온에서 장시간 유지시켜야 하거나 불순물등에 의해 BN의 순도에 영향을 받으며 공정이 복잡한 단점이 있다. 그러나 SHS(Self-propagating High-temperature Synthesis)법은 원소간의 높은 발열반응을 이용하기 때문에 에너지 효율이 높고 반응중의 높은 합성열에 의해 불순물을 자체 정제하여 생성물이 반응물보다 순도가 높은 고순도 물질을 얻을 수 있으며 간단한 장치로 합성을 유도할 수 있는 장점이 있다. 따라서 본 연구에서는 SHS법에 의해 BN합성 시 반응변수인 인가되는 가스압력, 시료의 성형밀도, 회석제의 함량 그리고 원료분말의 입도가 생성되는 BN에 미치는 영향을 평가하였다.

### 2. 실험방법

원료분말  $B_2O_3$ , Mg을 소정의 조성비로 칭량한 다음 알루미늄과 함께 아르곤 분위기에서 용기에 봉인한 후 2시간동안 진식 혼합을 하였다. 혼합된 분말은 loose한 분말 형태로 Graphite crucible에 적층하여 SHS로에 장입하였고  $N_2$ 가스를 이용하여 3~4회 퍼징한 후  $N_2$  분위기 하에서 텅스텐 와이어의 저항열로 점화시켜 BN합성반응을 유도하였다. 이때 인가되는  $N_2$ 가스 압력에 따른 영향을 살펴보기 위하여 10~100기압까지 압력을 변화시켰으며 성형밀도에 따른 반응거동을 분석하기 위해 혼합분말을 Pellet으로 제조하여 반응을 유도하였는데 이때 성형압력은 유압프레스를 사용하여 50~200MPa까지 변화를 주었다. 회석제가 반응에 미치는 영향을 파악하기 위하여 MgO, BN를 첨가하여 보았으며 환원제인 Mg의 입도를 -40mesh와 -325mesh를 사용하여 원료분말의 입도가 생성물에 미치는 영향을 살펴보았다.

### 3. 결과 및 고찰

SHS법 이용하여  $B_2O_3$ 와 Mg을  $N_2$ 분위기에서 반응을 시키고 생성된 MgO와 미반응물은 Washing과 Acid solution을 이용하여 제거할 수 있었으며 수 $\mu$ m의 Boron Nitride 단상을 얻을 수 있었다. 반응변수인 인가되는  $N_2$ 가스 압력이 증가함에 따라서 생성물의 XRD분석 결과 MgO : BN의 Intensity rate는 증가하였고 BN의 입도도 증가하는 경향을 나타내었으며 제2상인  $Mg_3B_2O_6$ 상은 감소하였다. Pellet형태로 제조된 시편으로 반응을 유도할 경우 성형압력이 증가함에 따라 BN의 입도는 Laser Diffraction Particle Size Analyser로 입도 분석한 결과 50MPa의 경우 2.123 $\mu$ m, 100MPa의 경우 9.703 $\mu$ m으로 증가하였다. 회석제로 첨가된 MgO는 함량이 증가할수록 질화율은 감소하였으나 BN를 첨가한 경우 함량이 증가할수록 질화율이 증가하였다. 또한 반응환원제인 Mg분말의 입도를 -40mesh에서 -325mesh로 줄인 경우 제2상인  $Mg_3B_2O_6$ 상의 생성을 줄여 전체적으로 BN를 균일하게 형성시킬 수 있었다.

### 4. 결론

SHS법 이용하여  $B_2O_3$ 와 Mg을  $N_2$ 분위기에서 반응을 유도하여 수 $\mu$ m의 Boron Nitride를 합성할 수 있었으며 반응변수인 인가압력, 성형밀도, 회석제, 원료분말의 입도를 변화시켜 생성되는 BN의 입도를 조절할 수 있었다.