

## Decaborane 과 Ammonia 로 부터 질화붕소(BN) 미분체의 합성

손영국 · 이윤복 · 박홍채 · 오기동

부산대학교 무기재료공학과

(1989년 2월 20일 접수)

---

### Preparation of Fine Boron Nitride Powders from Decaborane and Ammonia

Young Gook Son, Yoon Bok Lee, Hong Chae Park and Ki Dong Oh

Dept. of Inorganic Materials Engineering, Pusan National University

(Received February 20, 1989)

#### 요 약

Decaborane과 ammonia로 부터 ammonia-decaborane유도체를 만들고 이것을 출발원료로 하여 암모니아와 알콘 기류하에서 300~1450°C까지의 온도범위에서 질화붕소 미분체의 합성을 시도하고 그 생성조건 및 반응과정을 검토하였으며 합성 BN 분체의 특성을 IR, XRD, SEM 및 PSA 법을 이용하여 조사하였다.

BN은 800°C 이하의 질화반응에서는 BH, NH의 결합이 우세하지만 800°C 이상에서는 BH 및 NH의 결합이 소멸하여 육방정의 질화붕소가 생성되었다. 1500°C에서 합성된 BN 분말의 crystallite의 크기는  $L_a=470 \text{ \AA}$ ,  $L_c=180 \text{ \AA}$  이었고 격자상수는  $a=2.5062 \pm 1 \text{ \AA}$ ,  $c=6.8285 \pm 2 \text{ \AA}$  이었다. 또한 입자크기분포는 2.0~5.4  $\mu\text{m}$  이었다.

#### ABSTRACT

The preparation of the fine BN powders by ammonia-nitridation of ammonia-decaborane derivate was attempted at temperature between 300 to 1500°C. The formation mechanism of BN was examined and the resultant BN powder was characterized by means of IR, XRD, SEM and PSA method.

In the nitridation below 800°C bonding materials were identified with mainly BH and NH but above 800°C with BN by IR spectra and X-ray patterns. Crystallite size, lattice constant and particle size distribution of hexagonal BN prepared at 1,500°C were  $L_a=470 \text{ \AA}$ ,  $L_c=180 \text{ \AA}$ ,  $a=2.5062 \pm 1 \text{ \AA}$ ,  $c=6.8285 \pm 2 \text{ \AA}$  and 2.0~5.4  $\mu\text{m}$ , respectively.

#### 1. 서 론

최근 고경도 및 내침식재료가 새로운 기계구조 및 기계 절삭공구재료로서 각광을 받고 있다. 질화붕소(BN)는 고

용점(3000°C), 고경도(다이아몬드 다음으로 강한 Borazon)<sup>1)</sup>를 갖고 화학적으로 내침식성이 우수하여 유망한 초경내열재료로써 주목을 받고 있다. 붕소원료로서는 붕소산화물 및 붕소할로겐화물을, 환원제와 질소원료로서

는 암모니아, 요소 및 질소 등을 이용하여 합성하고 있다.<sup>23)</sup> 소망하는 질화붕소 소결체를 얻으려면 출발원료의 순도를 제어할 필요가 있고 또한 질화붕소의 결정화과정도 그 출발원료나 합성법에 의존한다.<sup>4)</sup> 저급 수소화붕소나 그 암모니아 부가체는 실온이나 대기중에서는 불안정하지만 붕소원자가 10개 이상으로 된 붕소화합물은 고상으로 비교적 안정하다<sup>24)</sup>는 것이 밝혀졌다.

본 연구에서는 Williams 법<sup>4)</sup>에 의해 decaborane( $B_{10}H_{14}$ )과 암모니아로부터 ammonia-decaborane 유도체를 만들고 이것을 출발원료로 하여 암모니아와 질소기류하에서 소정의 반응온도( $300\sim 1500^{\circ}C$ ), 반응시간(2~5 시간)에서 질화붕소 미분체의 합성을 시도하고 가장 적합한 생성조건을 제시하였으며 질화반응과정 및 합성된 분말의 성질을 검토하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. 시료조제

승화하기 쉬운 decaborane( $B_{10}H_{14}$ )을 비승화성인 triammoniadecaborane( $B_{10}H_{14}\cdot 3NH_3$ ) 유도체로 변화시키기 위하여 decaborane( $B_{10}H_{14}$ , Sigma 사제) 2.44 g을 벤젠( $C_6H_6$ , Junsei) 200 ml에 녹여 0.1 mol 농도의 용액을 만든 후 magnetic stirrer로 교반하면서 암모니아가스와 상온에서 반응시켰고, 이때 생성된 침전물을 벤젠으로 세척하면서 여과한 후 24 시간 진공건조시켜 시료로 사용하였다. 암모니아기체는 KOH 및 soda lime으로 건조정제 하였으며 유속은 100 ml/min이었다. 시료조제에 사용한 합성장치의 개략적 모형을 Fig.1에 나타내었다.

### 2.2. 질화반응

질화반응장치의 개략도를 Fig.2에 나타내었다. 약 1g의 시료를 BN boat에 넣고 이를 용융 알루미늄 반응관(내경 30mm, 길이 540mm)의 중심에 놓이도록 하였다. 승온전에 반응관내로 암모니아가스를 충분히 흘려보내서 공기와 치환시킨 후 유량속도 100~150 ml/min으로 유통시키면서 300~900°C 범위의 소정온도에서 2시간 반응시켰고 승온속도는 10°C/min이었다. 암모니아가스 중에서 실온까지 노냉시킨 후 암모니아가스의 공급을 중단하였다. 가열로의 발열체는 탄화규소소재질이며 노내의 온도는 Pt-Pt/Rh(13%) 열전대로 측정하였다.

### 2.3. 가열처리

시료를 Fig.2의 반응장치를 사용하여 상압가열처리하

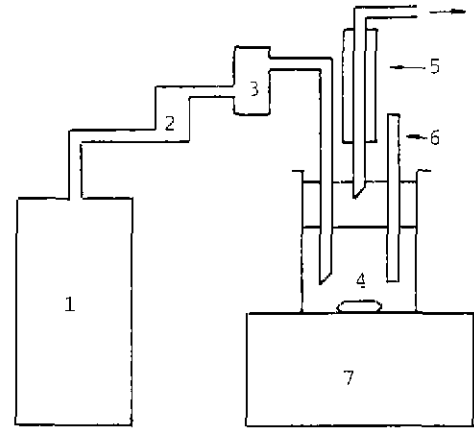


Fig.1. Schematic diagram of reaction apparatus for preparation of triammoniadecaborane from benzene and decaborane solution in ammonia gas stream.

1. cylinder( $NH_3$ )
2. flowmeter
3. KOH tube
4. reaction chamber
5. condenser
6. thermometer
7. magnetic stirrer

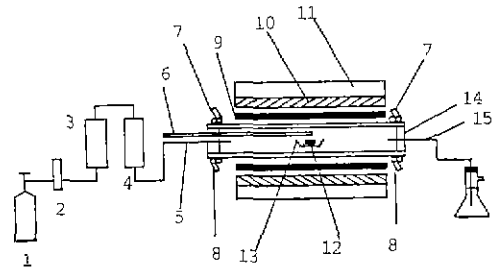


Fig.2. Schematic diagram of reaction apparatus for preparation of BN.

1. cylinder( $NH_3$ )
2. flowmeter
3. KOH
4. soda lime
5. gas inlet
6. Pt-Pt/Rh(13%) thermocouple
7. cooling water inlet
8. cooling water outlet
9. SiC heating element
10. alumina brick
11. ceramic fiber insulator
12. sample
13. BN boat
14. silicon rubber
15. gas outlet

었다. 약 1g의 시료를 BN boat에 넣고 용융 알루미늄 반응관의 중심에 놓이도록 한 후 유량속도 50~100 ml/

min 의 아르곤기류 하에서 10°C/min 의 승온속도로서 1300~1500°C 의 온도까지 가열한 후 2 시간 유지시켰다. 가열처리한 시료는 아르곤기류하에서 상온까지 냉각하였다. 이때 아르곤 기체는 KOH 및 soda lime 으로 건조시켰으며 활성화구리를 사용하여 산소를 제거하였다.

2.4. 분석방법

2.4.1. 적외선 흡수스펙트럼

생성물의 동정 및 질화반응과정을 조사하기 위하여 시료 0.5 wt% 와 KBr 99.5 wt% 의 비로 혼합하여 disk 형상으로 성형하여 적외선 분광분석장치 (Hitachi 270~30) 를 사용하여 400~4000 cm<sup>-1</sup> 범위에서 측정하였다.

2.4.2. 분말 X 선회절

생성물의 동정 및 결정화 과정은 X 선회절장치 (Rigaku 사제) 를 사용하여 X 선 분말회절법으로 행하였다. 회절조건은 전압 40 kV, 전류 20 mA, Ni 필터와 graphite monochromater 로 단색화한 CuK $\alpha$  선을 이용하여 Sc.계 수관으로 회절각도를 측정하였다. full scanning range 는 800 cps, time constant 는 1 sec, scanning speed 는 8°/min, slit 계는 1°-0.6 mm-1° 이었다.

BN 의 crystallite 크기는 아래의 Scherrer 식을 이용하여 계산하였다.

$$t = \frac{K\lambda}{B \cos \theta} \dots\dots\dots(1)$$

여기서 t 는 crystallite 의 두께 (Å), B 는 회절선의 반가폭 (rad),  $\theta$  는 Bragg 각도, K 는 결정의 형상인자이다. 식 (1)에서 B 는 다음의 Warren 식으로 구하였다.

$$B^2 = B_{hk}^2 + B_{l0}^2 \dots\dots\dots(2)$$

BN 의 격자상수는 회절선의 회절각  $\sin\theta$  를 측정하여 최소 2 승법에 의하여 산출하였다. 회절선의 관측방정식은 아래와 같다.

$$h^2x_1 + k^2y_1 + l^2z_1 + 2klx_4 + 2lhx_5 + 2hkx_6 + E(\theta) = 4 \sin^2 \theta / \lambda^2 \dots\dots\dots(3)$$

여기서 hkl 은 회절면의 지수이고 xyz 는 결정의 역격자축을 실격자축으로 변환시킨 항이고, E( $\theta$ ) 는 실험에 들어오는 계통오차를  $\theta$  의 함수로 나타낸 것이고  $\theta$  는 회절각 그리고  $\lambda$  는 입사선의 파장이다. 격자상수의 계산은 UNICS program<sup>7)</sup>을 이용하여 CYBER-180 전산기로 행하였다

2.4.3. 입자크기분포

입도측정은 입자크기 분석장치 (Seishin 사제) 를 사용하

여 행하였다. 회전속도는 600 rpm 이고 분산매로는 에틸알콜을 사용하였다.

2.4.4. 전자현미경 관찰

생성물의 입자모양 및 미세구조는 합성분말을 에틸알콜 중에서 초음파로 분산시켜 주사형 전자현미경 (국제과학기술사 ALPHA-30 A) 으로 가속전압 30 kV 로 주사하여 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. Ammonia- Decaborane 유도체의 생성

반응이 진행함에 따라 투명한 용액이 옅은 연두색을 띠면서 침전물이 생성되기 시작하였다. 생성된 침전물은 시간이 경과함에 따라 옅은 노란색을 거쳐 백색으로 변하였는데 침전반응은 반응개시 후 5-7 분 사이에 종료되었다

출발원료인 decaborane 과 침전생성물의 적외선 흡수 스펙트럼을 Fig. 3 에 나타내었다. 2500 cm<sup>-1</sup> 부근의 강한 흡수밴드는 B-H 결합의 stretching vibration, 3200 cm<sup>-1</sup> 부근의 넓은 흡수밴드는 N-H 결합의 stretching vibration 에 기인한 것이다.<sup>8)</sup> 또한 1400 cm<sup>-1</sup> 의 흡수밴드는 B-N 결합의 stretching vibration 에 기인한 것이며 1000 cm<sup>-1</sup> 이하의 밀려의 흡수밴드는 -NH<sub>3</sub> rocking vibration 및 B-H deformation vibration 등에 의한 것이다.<sup>9)</sup> 이상의 결과로부터 decaborane 과 암모니아로부터 얻어진 생성물은 triammoniadecaborane 으로 생각된다.

3.2. 질화반응과정

Triammoniadecaborane 시료를 300°-900°C 의 소정온

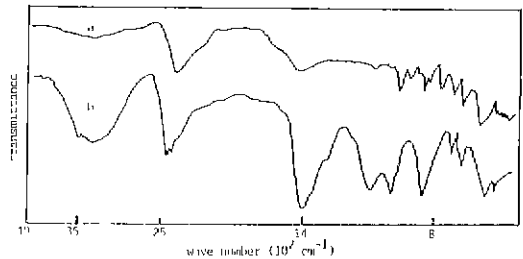


Fig. 3. IR spectra of decaborane and product obtained form reaction. (a) decaborane (b) product obtained from reaction.

도에서 2-15 시간 암모니아가스와 질화반응시켰다. Fig. 4에 질화반응에 의해 얻어진 반응생성물에 대한 적외선 흡수스펙트럼을 나타내었다. 300°C (Fig. 4 a)에서부터 400°C (Fig. 4 b)로 반응온도가 상승함에 따라 900 cm<sup>-1</sup>에서 1300 cm<sup>-1</sup> 부근에 출현하였던 일련의 예리한 흡수밴드는 소멸되었다. 또한 triammoniadecaborane의 BN 신축진동에 의한 1400 cm<sup>-1</sup>의 강하고 예리한 흡수밴드는 폭이 넓은 흡수밴드로 변화하였다(Fig. 4 b). 이러한 변화는 triammoniadecaborane의 결합비에 BN 결합을 가진 비정질교체가 생성되었음을 알 수 있다. 500°C 반응생성물의 적외선 흡수스펙트럼(Fig. 4 c)은 800 cm<sup>-1</sup> 부근에 새로운 흡수밴드가 나타나기 시작하여 반응온도가 상승함에 따라 강해지는 것을 알 수 있는데 이것은 B<sub>3</sub>N<sub>3</sub> 환상구조의 BNB 결합에 기인한 것이다.<sup>10)</sup> 한편 3200 cm<sup>-1</sup> 부근의 NH 및 2500 cm<sup>-1</sup> 부근의 BH 신축진동에 의한 흡수밴드의 경우 600°C에서의 생성물(Fig. 4 d)에는 약간 남아있었고 700°C에서의 생성물(Fig. 4 e)에서는 완전히 소멸되었다. 또한 NH 신축진동에 의한 3200 cm<sup>-1</sup> 부근의 흡수밴드는 반응온도가 상승함에 따라 소멸되었으나 3500 cm<sup>-1</sup> 부근의 흡수밴드는 반응과정에서 생성된 미량의 붕소산화물에 의한 것으로 추측된다.<sup>11)</sup> 800°C 2 시간 반응에 의한 생성물의 적외선 흡수스펙트럼은 이미 알려진 열분해 질화붕소의 적외선 흡수스펙트럼<sup>12)</sup>과 잘 일치하고 있다.

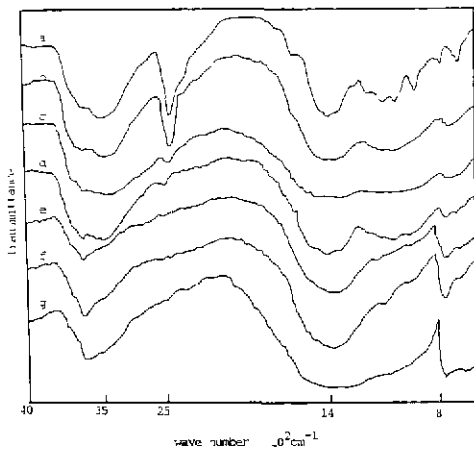


Fig. 4. IR spectra of reaction products from triammoniadecaborane and ammonia at various temperatures for 2 h. (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C, (e) 700°C, (f) 800°C, (g) 900°C

### 3.3. 생성물의 동정

Triammoniadecaborane과 암모니아가스의 500°C에서 800°C까지의 각 반응온도에서 얻은 생성물의 X선 회절도를 Fig. 5에 나타내었다.

500°C 2 시간의 반응생성물(Fig. 5 f)은 회절각 25° 및 42° 부근에 halo 모양의 회절선이 나타났으며 600° 및 700°C에서는 회절강도가 증가하였다. 또한 반응온도 800°C의 경우 2 시간에서 10 시간으로 반응시간이 증가함에 따라 회절강도가 증가하였다(Fig. 5 c, b, a). 회절각 25° 및 42° 부근의 halo 모양의 회절선은 각각 육방정 질화붕소의 002 및 10의 회절선에 해당된다.<sup>13)</sup> 이 결과로부터 triammoniadecaborane과 암모니아가스가 800°C에서 반응하여 생성된 질화붕소는 결정도가 낮은 것으로 밝혀졌다.

적외선 흡수스펙트럼과 X선회절 결과로부터 triammoniadecaborane과 암모니아가스의 반응은 다음과 같이 진행한다고 유추된다. 300°-400°C까지의 온도에서 triammoniadecaborane은 암모니아와의 반응에 의해 결합이 절단되고 BN결합이 형성된다. 이 단계에서 붕

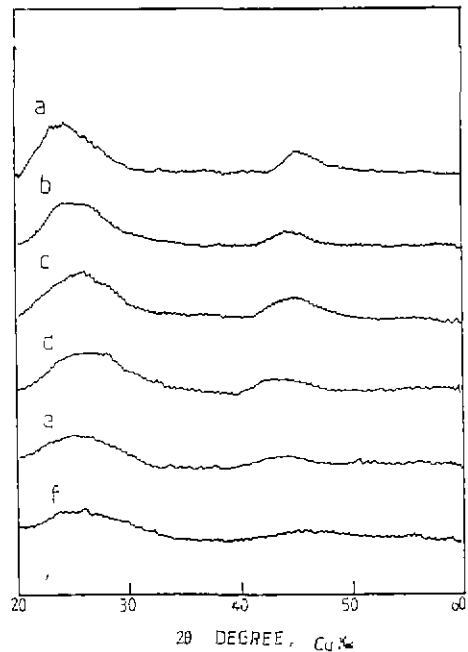


Fig. 5. XRD profiles of products synthesized from triammoniadecaborane and ammonia at temperatures between 500°C and 800°C. (a) 800°C, 10 h (b) 800°C, 5 h (c) 800°C, 2 h (d) 700°C, 2 h (e) 600°C, 2 h (f) 500°C, 2 h.

소와 질소의 비는 10.3에서 약 1:1에 도달할 때까지 질소가 보충되어지며 또한 탈수소반응이 동시에 시작된다고 생각된다. 500°C의 생성물은 NH 및 BH 결합이 대부분을 차지하고 BN 결합이 관여한 비정질고체이며, Fig.4c의 적외선 흡수스펙트럼에 나타난 800 cm<sup>-1</sup>부근의 흡수밴드의 존재는 B<sub>3</sub>N<sub>3</sub> 육방정고체의 생성을 시사해 준다. 이러한 B<sub>3</sub>N<sub>3</sub> 육방격자의 생성은 분말 X 선회절도(Fig.5f)에서도 확인되었다. 반응온도를 상승시키에 따라 BH, NH 결합의 파괴에 의한 탈수소반응도 동시에 진행되어 700°C의 반응온도에서는 B<sub>3</sub>N<sub>3</sub>가 성장하여 X 선회절도(Fig.5d)에서 회절강도의 증가가 관찰되었다. 800°C의 반응온도에서는 반응시간의 증가와 함께 B<sub>3</sub>N<sub>3</sub>육방정이 조금 더 성장하였다. 그러나 triammoniadecaborane 과 암모니아를 800°C에서 10 시간의 반응에 의해 생성된 백색고체도 결정도가 낮은 육방정의 B<sub>3</sub>N<sub>3</sub>질화붕소이었다.

다음은 triammoniadecaborane 과 암모니아를 800°C에서 10 시간 반응시켜서 생성된 질화붕소를 아르곤기류 중에서 상압하에 고온으로 재가열 처리하였다. 1300-1500°C까지의 각 온도에서 2 시간 재가열처리하여 얻어진 생성물의 분말 X 선회절도를 Fig.6에 나타내었다. 1300°C에서 가열처리한 생성물(Fig.6d)의 X 선회절도 상

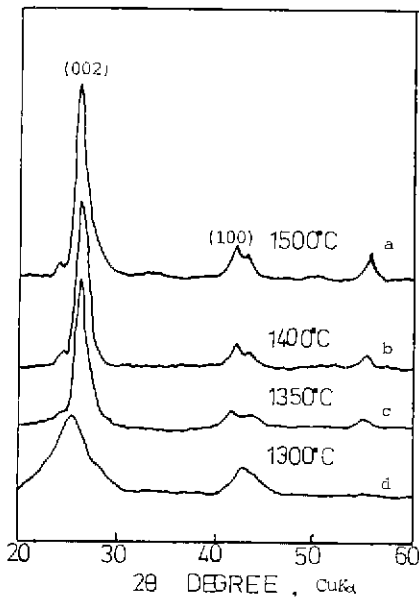


Fig.6. XRD patterns of specimens treated at various temperatures under atmospheric pressure in Ar gas stream.

에는 회절각 25° 및 42° 부근에 halo 모양의 피크가 나타났으며 이것은 800°C의 반응생성물과 거의 유사하였다. 가열온도가 상승함에 따라 회절각 25° 부근의 002 회절선은 25.9°, 26.1°, 26.4°로 고각도측으로 이동하면서 예리해지는 경향을 보여주었으며 반가폭도 감소하고 있다. 또한 42° 부근의 10 회절선은 1350°C(Fig.6c)에서 (100) 및 (101) 면으로 분리되었고 회절각은 41.7°로서 거의 변화가 없었다. 또한 회절각 55° 부근에 (004)면에 해당하는 회절선이 출현하여 온도가 상승함에 따라 회절강도가 증가하였다.

3.4. 격자상수 및 crystallite 의 크기

분말 X 선회절분석으로 부터 격자상수 및 crystallite 의 크기를 계산하여 Fig 7에 나타내었다.

합성한 질화붕소의 격자상수는 X 선회절도의 (002), (100), (004)면 등의 회절각 sinθ를 측정하여 최소 2 승법으로 구하였다. 격자상수는 1350°C로 가열처리한 경우 c=6.880 Å 이었고, 1400°C의 경우 a=2.5063±1Å, c=6.8593±3Å이며 가열온도의 상승에 따라 1500°C에서 a=2.5062±1Å, c=6.8285±2Å 으로 되었다.

또한 crystallite 의 크기는 (100)과 (002)면의 회절선을 이용하여 Scherrer 식과 Warren 식을 사용하여 계산하였다. 이때 Scherrer 의 식에서 결정의 형상인자 K는 L<sub>a</sub>에 대해서는 1.84, L<sub>c</sub>에 대해서는 0.9를 각각 적용하였다.<sup>14)</sup> crystallite 의 크기 L<sub>c</sub>는 (002)면의 회절선으로부터 산출

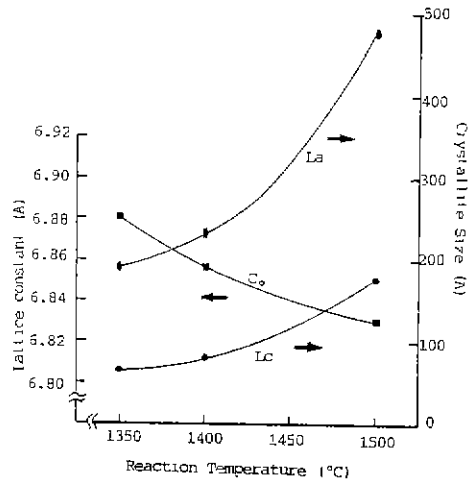


Fig.7. Variations of lattice parameter C<sub>0</sub>, crystallite size L<sub>a</sub> and L<sub>c</sub> for samples treated at 1350°C, 1400°C, 1500°C for 2 h.

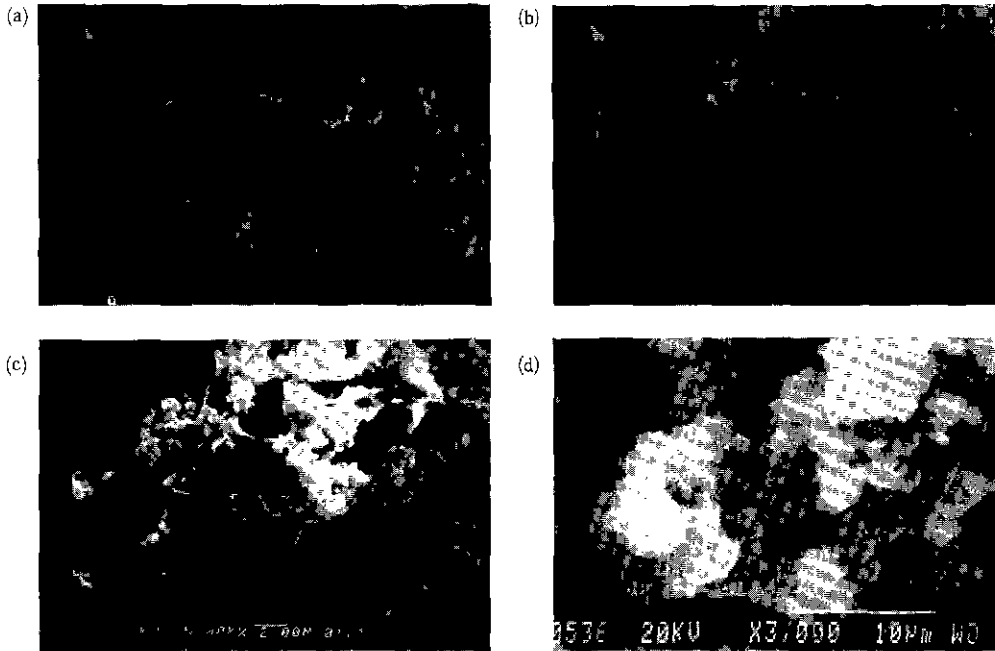


Fig.8. Scanning electron micrographs of  
 (a) product reacted at 800°C for 2 h., (b) sample treated at 1100°C for 2 h.,  
 (c) sample treated at 1300°C for 2 h., (d) sample treated at 1400°C for 2 h..

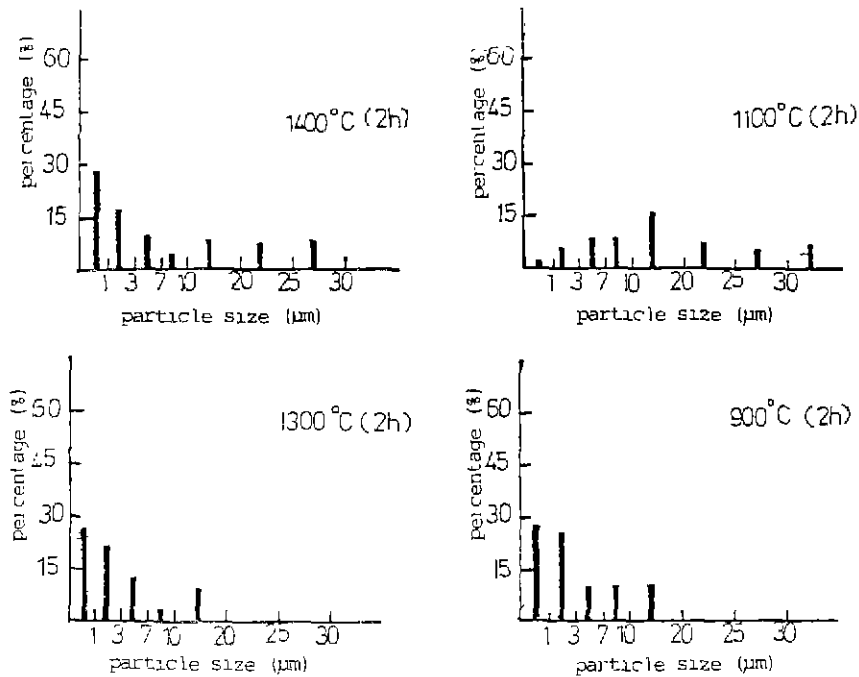


Fig.9. Particle size distribution of samples treated at various temperature.

하였는데 1350°C의 경우 60 Å, 1400°C, 1500°C에서는 각각 80 Å, 및 180 Å으로 증가하였고, 또한 (100)면으로부터 산출한  $L_a$ 는 각각 190 Å, 230 Å 및 470 Å으로 증가하였다.

Triammoniadecaborane 과 암모니아로부터 합성된 질화붕소는 고온의 각 온도에서 제거열하여 얻어진 생성물의 X 선회절도와 적외선 흡수스펙트럼의 결과로부터 결정화하기 어려운 난층구조의 질화붕소<sup>15)</sup>보다 저온에서 결정화가 진행될 수 있음을 알 수 있다. 따라서 본 연구에서 합성된 질화붕소에 함유된  $B_{10}N_{14}$  육방격자는 큰 층상구조로 성장하기 쉬운 배열을 하고 있다고 유추된다.

### 3.5. 생성물의 미세구조

출발물질 및 800°C 2 시간의 반응생성물과 이를 고온의 각 온도에서 2 시간 재가열 처리한 질화붕소 미분체에 대한 주사형 전자 현미경사진을 Fig. 8에 나타내었다. 가열 온도의 상승과 더불어 입자들의 응집현상과 입자성장이 일어났다. 1400°C에서 가열처리한 시료는 질화붕소 결정의 다수가 다각형의 판상구조를 보이고 있다

각 온도에서 얻은 질화붕소의 입자크기 분포를 Fig. 9에 나타내었다. 1300°C 이하의 비결정성 질화붕소(Fig. 6a)에 있어서는 온도의 상승과 더불어 미분체의 높은 반응성으로 인하여 1100°C까지는 전체적인 입자크기 분포가 증가하다가 1200°C를 지나면서 붕소산화물의 휘발등으로 인하여 입자의 대부분이 2 μm 이하 이었다. 1400°C에서는 입자성장과 부분적인 응집현상으로 말미암아 전체적인 입경분포가 다소 증가하여 평균입경이 5.4 μm로 나타났다.

## 4. 결 론

Decaborane 을 암모니아와 반응시켜 triammoniadecaborane 유도체를 만들고 이 triammoniadecaborane 과 암모니아와의 반응에 의해 고순도 질화붕소의 합성을 시도하고 질화붕소의 생성과정 및 특성을 검토하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) Triammoniadecaborane 을 800°C의 상압하에서 암모니아와 반응시켜서 얻은 질화붕소는 결정화가 낮았다.

(2) 암모니아는 300°C 부터 400°C 사이에서 triammoniadecaborane 과 반응하여 붕소의 결합을 절단하고 BN 결합을 생성하였다. 이 반응생성물은 500°-800°C까지 탈수소반응에 의해 판상의  $B_{10}N_{14}$  육방정이 생성되었고, 800°C 이상에서는 탈수소반응이 종료하여 반응시간이 길

어짐에 따라  $B_{10}N_{14}$  층상구조가 생성되었다.

(3) 합성된 저 결정성의 질화붕소는 1500°C에서 2 시간 가열처리한 격자상수 및 결정자크기는 각각  $a=2.5062 \pm 1 \text{ Å}$ ,  $c=6.8285 \pm 2 \text{ Å}$  및  $L_a=470 \text{ Å}$ ,  $L_c=180 \text{ Å}$ 이었다. 또한 입자크기 분포는 부분적인 입자의 응집현상으로 평균입경이 약 5.4 μm 이었다.

## REFERENCES

1. C.F.Gardiniex, "Physical Properties of Superabrasives", *Ceram. Bull.*, 67(6), 1006 (1988).
2. T.E.O'Connor, "Synthesis of Boron Nitride". *J. Am. Chem. Soc.*, 84, 1753 (1962).
3. J.Kamlet, U.S Pat. 2865715 (1958).
4. H.Tagawa and K.Ishi-i, "The Formation and Crystalline Nature of Boron Nitride in the Reaction of Boron Trichloride with Ammonia", *J. Appl. Chem. Jpn.*, 70(5), 617 (1967).
5. J.C.Bailar, "Comprehensive Inorganic Chemistry", Vol.1, pp.665-849, Pergamon Press, Oxford & New York (1973).
6. J.Williams, R.L.Williams and J.C.Wright, "Boron Hydride Derivatives. Part IX. The Reaction of Decaborane with Ammonia", *J. Chem. Soc.*, 5816 (1963).
7. UNICS program, Crystallographic Society, Japan (1967).
8. G.F.Svatos, C.Curran and J.V.Quagliano, "Infrared Absorption Spectra of Inorganic Coordination Complexes. V; The N-H Stretching Vibration in Coordinatin Compounds", *J. Am. Chem. Soc.*, 77, 6159 (1955).
9. P.C.Li and M.P.Lepie, "Infrared Transmission of Pyrolytic Boron Nitride", *J. Am. Ceram. Soc.*, 48(5), 277, (1965).
10. R.Geick, C.H.Perry and G.Rupprecht, "Normal Modes in Hexagonal Boron Nitride", *Phys. Rev.*, 146(2), 543 (1966).
11. E.G Brame, J.L Margrave and V.W.Meloche, "Infrared Spectra of Inorganic Solids II-Oxides, Nitrides, Carbides and Borides", *J. Inorg. Nucl.*

- Chem.* **5**, 48 (1957).
12. F.A. Miller and C.H. Wilkins, "Infrared Spectra and Characteristic Frequencies of Inorganic Ions", *Anal. Chem.*, **24**, 1253 (1952).
  13. R.S. Pease, "An X-ray Study of Boron Nitride", *Acta Cryst.*, **5**, 356 (1952).
  14. J. Thomas, Jr., N.E. Weston and T.E. O'Connor, "Turbostratic Boron Nitride, Thermal Transformation to Ordered-layer-lattice, Boron Nitride", *J. Am. Chem. Soc.*, **84**(24), 4619 (1963).
  15. H. Togawa and K. Ishi-i, "Crystallinity of Boron Nitride Fabricated in Various Ways", *Bull. Chem. Soc. Japan*, **35**, 1425 (1962).

[후 기]

본 연구는 한국과학재단의 1988년도 전반기 기초 연구 과제 지원비의 도움으로 수행되었습니다.