



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년05월24일
(11) 등록번호 10-1623736
(24) 등록일자 2016년05월18일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C01G 39/06 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C01G 39/06 (2013.01)

C01P 2002/70 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2015-0076384

(22) 출원일자 2015년05월29일

심사청구일자 2015년05월29일

(56) 선행기술조사문헌

KR101478627 B1

KR1020150024534 A

KR101464173 B1

Nanoscience and Nanotechnology Letters Vol.
6, 685-691, 2014

(73) 특허권자

이화여자대학교 산학협력단

서울특별시 서대문구 이화여대길 52 (대현동, 이
화여자대학교)

(72) 발명자

황성주

서울특별시 마포구 토정로 167, 108동 1301호 (창
전동, 해모로아파트)

진 샤오안

서울특별시 서대문구 이화여대길 52, 대학원기숙
사 에이동 308호 (대현동)

피아오 메이나

서울특별시 영등포구 신길로42나길 13-13 (신
길동)

(74) 대리인

특허법인엠에이피에스

전체 청구항 수 : 총 9 항

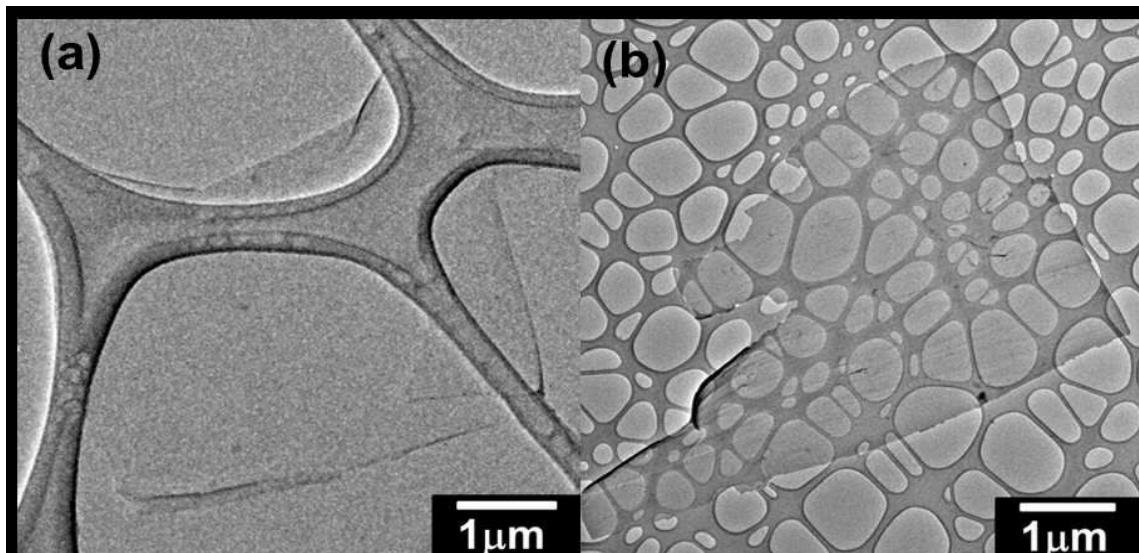
심사관 : 이영완

(54) 발명의 명칭 이황화몰리브덴 나노시트 및 이의 제조방법

(57) 요약

질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트, 및 상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 제조 방법에 관한 것이
다.

대표도 - 도5



(52) CPC특허분류

C01P 2004/03 (2013.01)

C01P 2004/24 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2014-0585-000-2

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 원천기술개발사업(학술진흥) (2014)-글로벌프론티어연구개발사업

연구과제명 하이브리드 나노분산입자 제어기술 개발

기 여 율 1/1

주관기관 이화여자대학교 산학협력단

연구기간 2014.01.01 ~ 2022.08.31

명세서

청구범위

청구항 1

이황화몰리브덴을 암모니아 기체 하에서 열처리함으로써 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 형성하는 단계; 및
상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 알칼리금속 화합물과 반응시킴으로써 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트를 형성하는 단계
를 포함하는, 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 제조 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,
상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트는 단일층으로서 존재하는 것인, 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 제조 방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,
상기 열처리는 400℃ 내지 1000℃ 의 온도 범위에서 수행되는 것인, 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 제조 방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,
상기 알칼리금속 화합물은 알킬 알칼리금속, 수소화 알칼리금속, 또는 알칼리금속 나프탈레나이드계 화합물을 포함하는 것인, 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 제조 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,
상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 알칼리금속 화합물과 반응시키는 단계는 불활성 분위기 하에서 수행되는 것인, 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 제조 방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서,
상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트는 박리화수율이 60% 이상인 것인, 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 제조 방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 알칼리금속 화합물과 반응시키는 단계 후에, 상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트를 초음파로 분산시키는 단계를 추가로 포함하는, 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 제조 방법.

청구항 8

제 1 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항에 따른 방법에 의해 제조되는, 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트.

청구항 9

제 8 항에 있어서,

상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트는 단일층으로서 존재하는 것인, 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본원은, 이황화몰리브덴(MoS_2) 나노시트 및 이의 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 최근 이황화몰리브덴(MoS_2)은 광촉매, 에너지 저장장치, 센서, 태양전지 등 방면에서 그래핀과 함께 차세대 소재로서 각광받고 있다. 층상(layered)의 이황화몰리브덴은 구조적으로 그래핀과 유사한 2차원 구조를 가지고 있다. 하지만 그래핀은 전도체 성질을 가지므로 실용성에는 한계를 가지는 반면, 층상의 이황화몰리브덴은 반도체 성질을 가지므로 실용성이 뛰어나다. 이황화몰리브덴은, 단일층으로 만들면 간접 밴드갭(indirect bandgap) 반도체에서 직접 밴드갭 반도체로 변하고, 빛을 효율적으로 흡수 및 방출하며, 전자 이동성(electron mobility)이 높고 투명성과 유연성 또한 높아서 박막 제작이나 초소형 전자 소자로서의 응용이 가능하여 다양한 분야의 산업에서 활용이 많다.

[0003] 하지만, 자연적으로 존재하는 이황화몰리브덴은 단일층으로서 존재하는 것이 아니라 다층층으로 존재한다. 이황화몰리브덴의 층과 층 사이는 반데르발스힘(van der waals force)으로 결합이 되어 있다. 이황화몰리브덴의 단일층을 얻기 위해서는 이황화몰리브덴 단결정에서 원자층을 떼어내는 박리 방법을 이용하는데, 제일 간단한 박리 방법은 스카치테이프를 이용한 방법이다. 그러나 이러한 방법은 대량생산이 어렵다는 단점을 지닌다. 또 다른 방법은 이황화몰리브덴의 층 사이의 비교적 약한 반데르발스힘으로 층간에 작은 이온의 삽입으로 구조를 변화시켜, 층간거리를 넓히면서 화학적 방법으로 박리화하는 방법이 있는데 이는 대량합성이 가능하다. 하지만 이렇게 박리화한 이황화몰리브덴 나노시트는 단일층의 농도가 높지 않다는 단점이 있다.

[0004] 대한민국 등록특허 제10-1478627호는 2차원 구조를 갖는 이황화몰리브덴의 발광특성 제어방법에 관한 것으로서 알칼리 금속염 또는 알칼리 토금속염을 이용하여 이황화몰리브덴을 박편화하는 방법에 대해 개시하고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본원은, 화학적 방법으로 박리하여 대량생산이 가능하고, 고농도분산을 갖는 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트 및 상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 제조 방법을 제공하고자 한다.

[0006] 그러나, 본원이 해결하고자 하는 과제는 이상에서 언급한 과제로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

- [0007] 본원의 제 1 측면은, 이황화몰리브덴을 암모니아 기체 하에서 열처리함으로써 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 형성하는 단계; 및 상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 알칼리금속 화합물과 반응시킴으로써 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트를 형성하는 단계를 포함하는, 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 제조 방법을 제공한다.
- [0008] 본원의 제 2 측면은, 상기 본원의 제 1 측면에 따른 방법에 의해 제조되는, 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트를 제공한다.

발명의 효과

- [0009] 본원의 일 구현예에 따르면, 이황화몰리브덴에 소량의 질소를 도핑함으로써 물질의 구조적 변화를 일으키지 않고 원래의 상을 유지하는 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트를 제조할 수 있으며, 본원의 일 구현예에 따라 제조된 상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트는 단일층으로 존재함으로써 빛을 효율적으로 흡수 및 방출하고, 투명성과 유연성이 향상되어 박막 제작 또는 초소형 전자로서의 응용이 가능하다.

도면의 간단한 설명

- [0010] 도 1은 이황화몰리브덴 및 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴의 분말 X-선 회절 패턴(powder X-ray diffraction) 분석 결과를 나타낸 그래프이다.
- 도 2는 이황화몰리브덴 및 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴의 전자주사현미경(field emission-scanning electron microscopy, FE-SEM) 이미지이다.
- 도 3은 이황화몰리브덴 및 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴의 마이크로-라만(micro-Raman) 측정 결과를 나타낸 그래프이다.
- 도 4는 이황화몰리브덴 및 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴의 X-선 광전자 분광(X-ray photoelectron spectroscopy) 측정 결과를 나타낸 그래프이다.
- 도 5는 이황화몰리브덴 나노시트 및 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 투과전자현미경(high resolution-transmission electron microscopy) 이미지이다.
- 도 6은 이황화몰리브덴 나노시트 및 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 콜로이드 사진 이미지이다.
- 도 7은 이황화몰리브덴 나노시트 및 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 액체-UV 흡광 측정 결과를 나타낸 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0011] 아래에서는 첨부한 도면을 참조하여 본원이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 본원의 실시예를 상세히 설명한다. 그러나 본원은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다. 그리고 도면에서 본원을 명확하게 설명하기 위해서 설명과 관계없는 부분은 생략하였으며, 명세서 전체를 통하여 유사한 부분에 대해서는 유사한 도면 부호를 붙였다.
- [0012] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부분이 다른 부분과 “연결”되어 있다고 할 때, 이는 “직접적으로 연결”되어 있는 경우뿐 아니라, 그 중간에 다른 소자를 사이에 두고 “전기적으로 연결”되어 있는 경우도 포함한다.
- [0013] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부재가 다른 부재 “상에” 위치하고 있다고 할 때, 이는 어떤 부재가 다른 부재에 접해 있는 경우뿐 아니라 두 부재 사이에 또 다른 부재가 존재하는 경우도 포함한다.
- [0014] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부분이 어떤 구성 요소를 “포함” 한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성 요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성 요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다. 본원 명세서 전체에서 사용되는 정도의 용어 “약”, “실질적으로” 등은 언급된 의미에 고유한 제조 및 물질 허용오차가 제시될 때 그 수치에서 또는 그 수치에 근접한 의미로 사용되고, 본원의 이해를 돕기 위해 정확하거나 절대적인 수치가 언급된 개시 내용을 비양심적인 침해자가 부당하게 이용하는 것을 방지하기 위해 사용된다. 본원 명세서 전체에서 사용되는 정도의 용어 “~(하는) 단계” 또는 “~의 단계”는 “~를 위한 단계”를 의미하지

않는다.

- [0015] 본원 명세서 전체에서, 마쿠시 형식의 표현에 포함된 “이들의 조합(들)”의 용어는 마쿠시 형식의 표현에 기재된 구성 요소들로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상의 혼합 또는 조합을 의미하는 것으로서, 상기 구성 요소들로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상을 포함하는 것을 의미한다.
- [0016] 본원 명세서 전체에서, “A 및/또는 B”의 기재는 “A 또는 B, 또는 A 및 B”를 의미한다.
- [0017] 이하, 본원의 구현예를 상세히 설명하였으나, 본원이 이에 제한되지 않을 수 있다.
- [0018] 본원의 제 1 측면은, 이황화몰리브덴을 암모니아 기체 하에서 열처리함으로써 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 형성하는 단계; 및 상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 알칼리금속 화합물과 반응시킴으로써 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트를 형성하는 단계를 포함하는, 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 제조 방법을 제공한다.
- [0019] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 암모니아 기체 하에서 상기 이황화몰리브덴을 열처리하는 단계에 의하여, 물질의 구조적 변화를 일으키지 않고 원래의 상을 유지하며 박리된, 질소-도핑된 이황화몰리브덴이 제조될 수 있다. 예를 들어, 상기 이황화몰리브덴을 암모니아 기체 하에서 열처리하는 단계에서, 원자가가 -3을 띠는 질소가 원자가가 -2를 띠는 황 자리에 치환되면서 Mo-S 결합의 일부가 Mo-N 결합이 되며 질소가 도핑되는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않는다.
- [0020] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 열처리는 약 400℃ 내지 약 1,000℃의 온도 범위에서 수행되는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 열처리는 약 400℃ 내지 약 1,000℃, 약 500℃ 내지 약 1,000℃, 약 600℃ 내지 약 1,000℃, 약 700℃ 내지 약 1,000℃, 약 800℃ 내지 약 1,000℃, 약 900℃ 내지 약 1,000℃, 약 400℃ 내지 약 900℃, 약 400℃ 내지 약 800℃, 약 400℃ 내지 약 700℃, 약 400℃ 내지 약 600℃, 약 400℃ 내지 약 500℃, 또는, 약 500℃ 내지 약 700℃의 온도에서 수행되는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0021] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트는 단일층으로서 존재하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 이황화몰리브덴에 질소가 도핑됨으로써 원자간의 증가로 인해 척력이 증가하여 이황화몰리브덴 층간의 거리가 넓혀지게 되고, 그에 따라 이황화몰리브덴의 박리가 더 용이하게 일어남으로써 이황화몰리브덴 단일층의 농도가 높아지는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0022] 자연적으로 존재하는 이황화몰리브덴은 주로 단일층이 아닌 다중층으로 존재하며, 층과 층 사이는 반데르발스 힘(van der waals force)에 의해 결합되어 있다. 본원의 일 구현예에 있어서, 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트는 빛을 효율적으로 흡수 및 방출하고, 투명성과 유연성이 향상되어 박막 제작 또는 초소형 전자로서의 응용이 가능하다는 장점을 지닌다.
- [0023] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 알칼리금속 화합물은 알킬 알칼리금속, 수소화 알칼리금속, 또는 알칼리금속 나프탈레나이드계 화합물을 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다.
- [0024] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 알킬 알칼리금속은 알킬리튬일 수 있으며, 예를 들어, 메틸리튬, 에틸리튬, 프로필리튬, 부틸리튬, 이들의 이성질체 및 이들의 조합들로 이루어지는 군으로부터 선택되는 것을 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0025] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 수소화 알칼리금속은 LiH, LiAlH₄, LiNH₂, NaH, NaAlH₄, 또는 NaNH₂를 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다.
- [0026] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 알칼리금속 나프탈레나이드계 화합물은 소듐 나프탈레나이드(sodium naphthalenide), 리튬 나프탈레나이드(lithium naphthalenide), 또는 포타슘 나프탈레나이드(potassium naphthalenide)를 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다.
- [0027] 본원의 일 구현예에 있어서, 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 알칼리금속 화합물과 반응시키는 단계는 불활성 분위기 하에서 수행되는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 불활성 분위기 하에서 수행되는 것은, 질소 기체, 아르곤 기체, 네온 기체, 헬륨 기체, 및 이들의 조합들로 이루어지는 군으로부터 선택

되는 불활성 기체를 포함하는 분위기 하에서 수행되는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

- [0028] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트는 박리화수율이 약 60% 이상일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 박리화수율은 약 60% 이상, 약 60% 내지 약 100%, 약 70% 내지 약 100%, 약 80% 내지 약 100%, 또는 약 90% 내지 약 100% 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0029] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 알칼리금속 화합물과 반응시키는 단계 후에, 유기 용매를 사용하여 반응하지 못한 알칼리금속 화합물을 씻어내는 단계를 추가로 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 유기 용매는 헥세인, 석유 에테르, 벤젠, 메틸벤젠, 다이메틸벤젠 및 이들의 조합들로 이루어지는 군으로부터 선택되는 유기 용매를 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0030] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 유기 용매를 사용하여 반응하지 못한 알칼리금속 화합물을 씻어내는 단계 후에, 상기 반응물을 건조하는 단계를 추가로 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 건조하는 단계는 진공조건 하에서 수행될 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0031] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 알칼리금속 화합물과 반응시키는 단계 후에, 상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트를 초음파로 분산시키는 단계를 추가로 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 건조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴은 증류수에 분산되어 초음파를 사용하여 단일층으로 분산될 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0032]
- [0033] 본원의 제 2 측면은, 상기 본원의 제 1 측면에 따른 방법에 의해 제조되는, 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트를 제공한다. 본 측면에 따른, 상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트에 대하여 본원의 제 1 측면에 대하여 기재된 내용이 모두 적용될 수 있다.
- [0034] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트는 단일층으로서 존재하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 이황화몰리브덴에 질소가 도핑됨으로써 원자간의 증가로 인해 척력이 증가하여 이황화몰리브덴 층간의 거리가 넓혀지게 되고, 그에 따라 이황화몰리브덴의 박리가 더 용이하게 일어남으로써 이황화몰리브덴 단일층의 농도가 높아지는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0035] 자연적으로 존재하는 이황화몰리브덴은 주로 단일층이 아닌 다중층으로 존재하며, 층과 층 사이는 반데르발스힘(van der waals force)에 의해 결합되어 있다. 본원의 일 구현예에 있어서, 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트는 빛을 효율적으로 흡수 및 방출하고, 투명성과 유연성이 향상되어 박막 제작 또는 초소형 전자로서의 응용이 가능하다는 장점을 지닌다.
- [0036] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트는 박리화수율이 약 60% 이상일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 박리화수율은 약 60% 이상, 약 60% 내지 약 100%, 약 70% 내지 약 100%, 약 80% 내지 약 100%, 또는 약 90% 내지 약 100%일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0037] 이하, 본원의 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세하게 설명하고자 하나, 하기의 실시예는 본원의 이해를 돕기 위하여 예시하는 것 일뿐, 본원의 내용이 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.
- [0038]
- [0039] **[실시예]**
- [0040] **질소-도핑된 이황화몰리브덴의 합성**
- [0041] 0.4 g의 이황화몰리브덴(Sigma Aldrich)를 NH₃ 기체(대성산업주식회사)하에서 4 시간 동안 700℃에서 열처리하여 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 수득하였다.
- [0042] **질소-도핑된 이황화몰리브덴의 박리 및 분산**
- [0043] 상기 본원의 실시예에서 합성된 상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴 0.3 g을 20 mL 의 1.6 M n-부틸리튬(n-

butyllithium, Sigma Aldrich)에 넣고 불활성 분위기 하에서 72 시간 동안 상온에서 반응시켰다. 반응 후 과량의 헥세인(hexane, JUNSEI)을 첨가하여 반응하지 못한 n-부틸리튬을 씻어내었다. 상기 반응물은 진공조건 하에서 건조하였다. 건조한 샘플은 0.1 g을 취하여 100 mL 증류수에 분산시킨 뒤 1 시간 동안 초음파(Branson 5510)로 박리하여 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트를 획득하였다.

분석

상기 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트에서의 질소의 함량을 확인하기 위하여 원소 분석(퍼킨엘머유한회사, 2400 Series II CHNS/O)을 수행하였다. 상기 분석 결과는 하기 표 1에 나타내었다. 하기 표 1에서 나타낸 바와 같이, 측정 결과 질소-도핑된 이황화몰리브덴에서 질소의 함량은 총 물질에서 0.95 wt% 인 것이 확인되었다.

표 1

물질	질소 함량(wt%)
이황화몰리브덴	0
질소-도핑된 이황화몰리브덴	0.95

도 1은 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴 및 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴의 분말 X-선 회절 패턴(powder X-ray diffraction, Rigaku D/Max-2000/PC) 분석 결과를 나타낸 그래프이다. 도 1의 (a)는 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴을, (b)는 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 나타낸다. 도 1에서 나타낸 바와 같이, 질소-도핑 후에도 구조적 변화를 일으키지 않고 원래의 이황화몰리브덴 상을 유지하는 것을 알 수 있다. X-선 회절패턴 피크를 확대해서 보면 질소 도핑 후 이황화몰리브덴의 피크 위치는 저각으로 이동한 것을 확인할 수 있다. 이것은 질소 도핑 후 이황화몰리브덴 층 사이의 간격이 커졌다는 것을 의미한다.

도 2는 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴 및 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴의 전자주사현미경(field emission-scanning electron microscopy, JEOL JSM-6700F) 이미지이다. 도 2의 (a)는 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴을, (b)는 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 나타낸다. 도 2에서 나타낸 바와 같이, 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴 및 질소-도핑된 이황화몰리브덴 모두 적층된 나노시트 구조를 갖는 것이 확인되었으며, 질소-도핑 후에도 이미지 변화가 없는 것이 확인되었다.

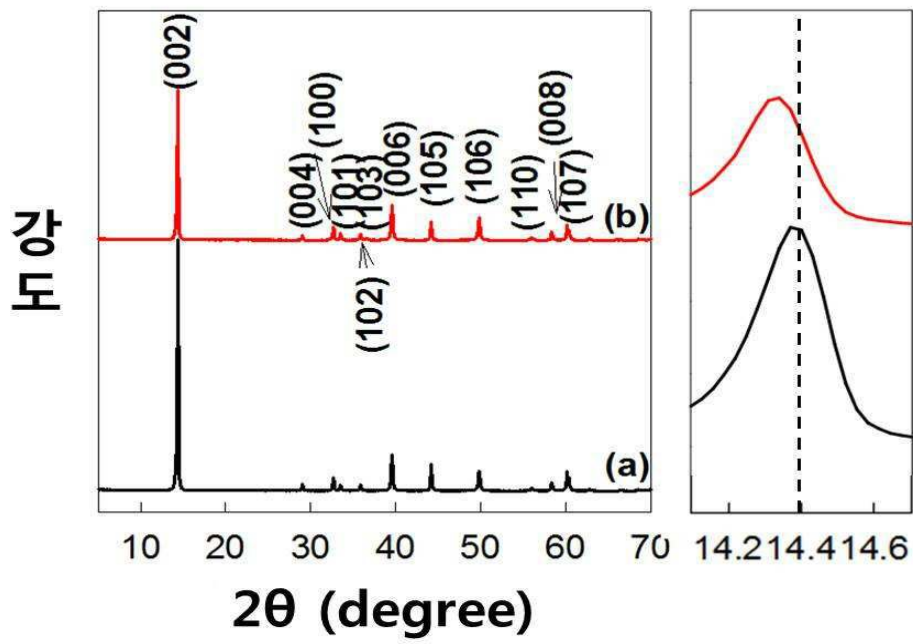
도 3은 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴 및 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴의 마이크로-라만(micro-Raman, JY LabRam HR spectrometer) 측정 결과를 나타낸 그래프이다. 도 3의 (a)는 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴을, (b)는 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 나타낸다. 도 3에서 나타낸 바와 같이, 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴과 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 비교한 결과, 피크의 위치가 청색 편이(blue shift)가 일어난 것을 관찰할 수 있었다. 이는 질소가 황 자리에 치환되면서 Mo-S 결합의 일부가 Mo-N이 되는 것이며, 이는 사이즈가 작고 원자가가 더 큰 질소가 결합되면서 Mo-S 결합보다 더 강하게 결합되며 일어나는 현상이다.

도 4는 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴 및 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴의 X-선 광전자 분광(X-ray photoelectron spectroscopy, Thermo VG, UK) 측정 결과를 나타낸 그래프이다. 도 4의 (a)는 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴을, (b)는 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴을 나타낸다. 도 4에서 나타낸 바와 같이, N 1s 피크 시그널이 질소-도핑된 이황화몰리브덴[도 4의 (b)]에서는 관찰이 되는 반면에 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴[도 4의 (a)]에서는 관찰이 되지 않았다. 이는 합성한 물질 속에 질소가 존재하며, 확실히 질소-도핑된 이황화몰리브덴에서 질소가 도핑이 되었다는 증거이기도 하다.

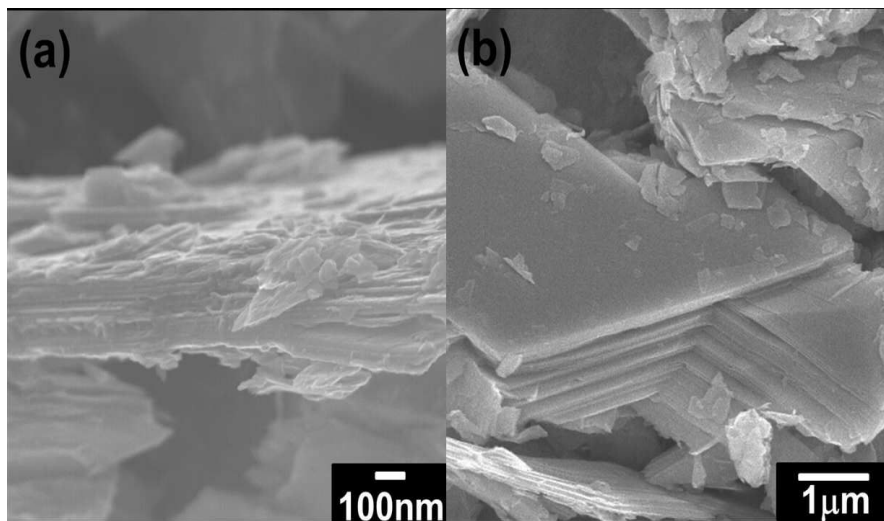
- [0051] 도 5는 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴 나노시트 및 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 투과전자현미경(high resolution-transmission electron microscopy, JEOL JEM-2100F) 이미지이다. 도 5의 (a)는 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴 나노시트를, (b)는 본원의 일 실시예에 따른 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트를 나타낸다. 도 5에서 나타난 바와 같이, 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴 및 질소-도핑된 이황화몰리브덴 모두 단일층인 나노시트임을 확인되었다.
- [0052] 도 6은 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴 나노시트 및 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 콜로이드 사진 이미지이다. 도 6의 (a)는 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴 나노시트를, (b)는 본원의 일 실시예에 따른 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트를 나타낸다. 상기 콜로이드는 초음파에 분산시키는 단계 이후, rpm 15,000 에서 30분간 원심분리기를 사용하여 상등액을 모아서 촬영한 것이다. 도 6에서 나타난 바와 같이, 합성된 나노시트 콜로이드는 모두 안정한 상태를 유지하고 있는 것을 확인되었다.
- [0053] 도 7은 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴 나노시트 및 본원의 일 실시예에 따라 제조된 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트의 액체-UV 흡광 측정 결과(SINCO S-4100)를 나타낸 그래프이다. 도 7의 (a)는 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴 나노시트를, (b)는 본원의 일 실시예에 따른 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트를 나타낸다. 합성된 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴 나노시트 및 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트를 같은 농도로 희석한 뒤 액체-UV 흡광을 측정하였다. 도 7에서 나타난 바와 같이, 같은 위치에서 흡수가 일어나는데 이것은 전체적인 구조가 동일한 이황화몰리브덴이라는 것을 말해준다. 또한, 같은 농도로 희석하였을 때 질소-도핑된 이황화몰리브덴의 피크 높이는 더 높았다. 이는 질소-도핑된 이황화몰리브덴 나노시트가 질소-도핑이 되지 않은 이황화몰리브덴 나노시트보다 더 높은 박리화수율을 가지고 있다는 것을 설명한다.
- [0054] 전술한 본원의 설명은 예시를 위한 것이며, 본원이 속하는 기술분야의 통상의 지식을 가진 자는 본원의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 쉽게 변형이 가능하다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다. 예를 들어, 단일형으로 설명되어 있는 각 구성 요소는 분산되어 실시될 수도 있으며, 마찬가지로 분산된 것으로 설명되어 있는 구성 요소들도 결합된 형태로 실시될 수 있다.
- [0055] 본원의 범위는 상기 상세한 설명보다는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타내어지며, 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 균등 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본원의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 한다.

도면

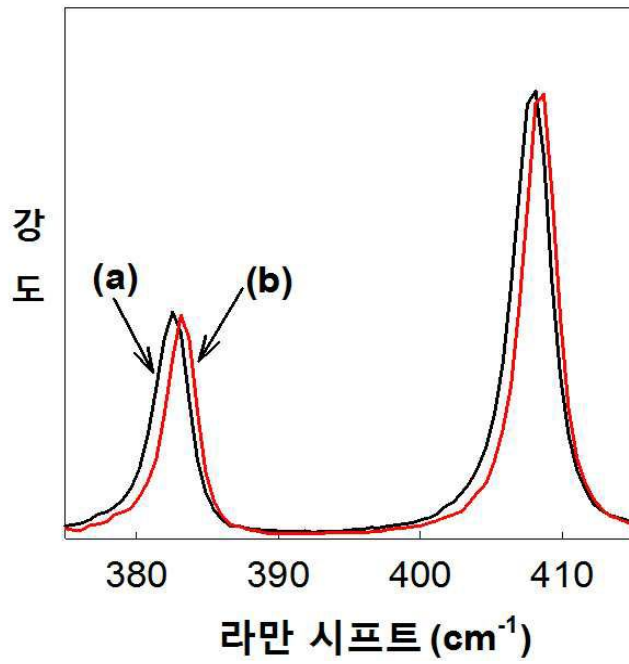
도면1



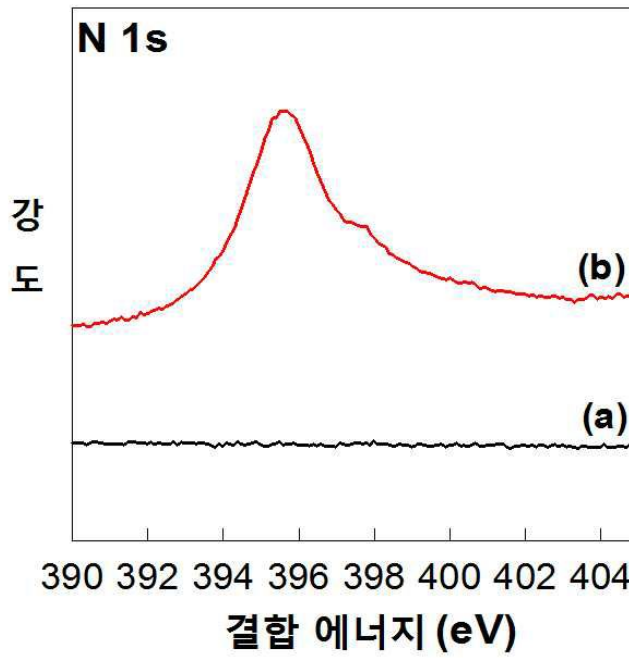
도면2



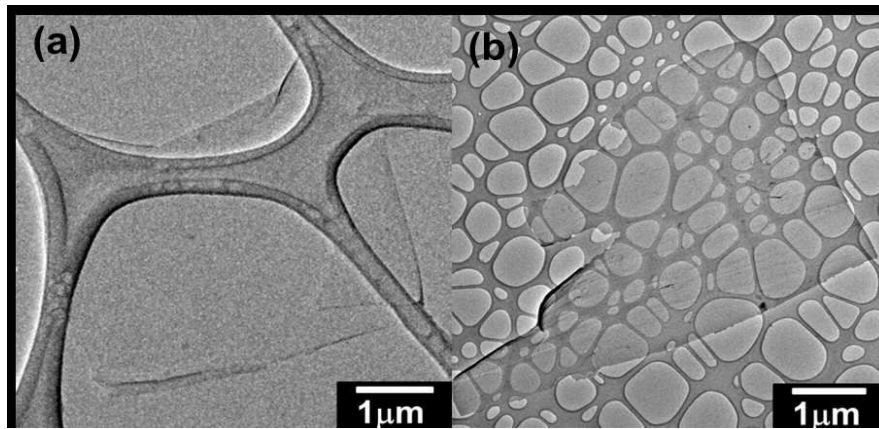
도면3



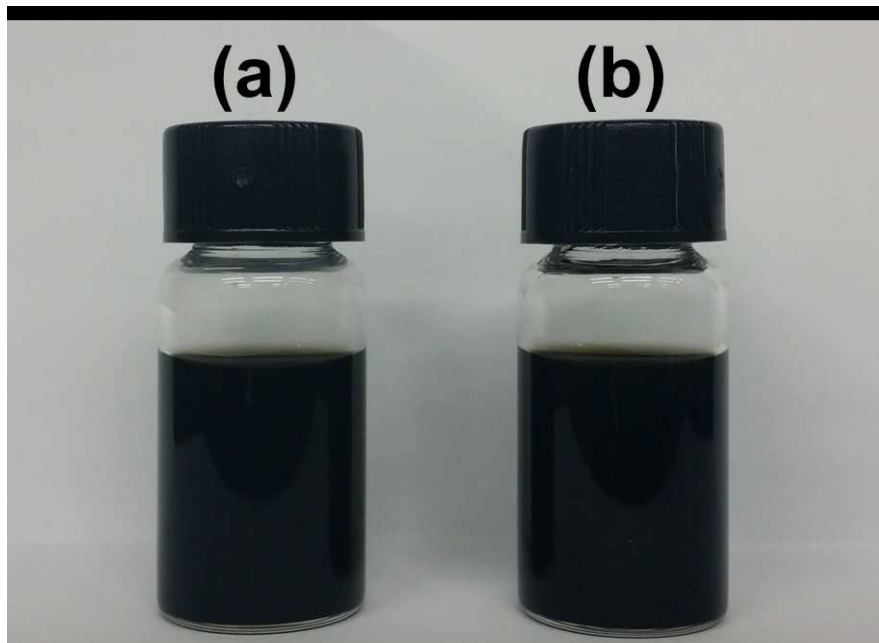
도면4



도면5



도면6



도면7

