

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구  
국제사무국



(43) 국제공개일  
2010년 5월 6일 (06.05.2010)

PCT

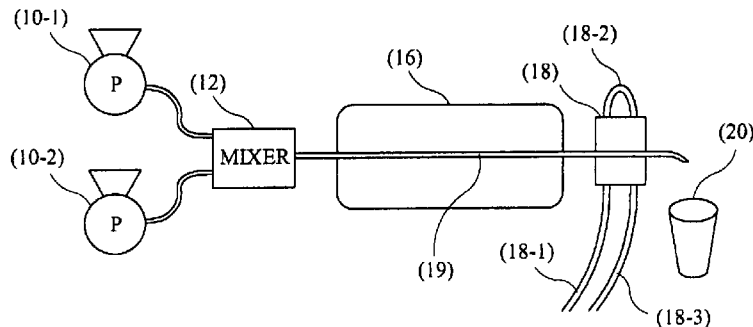
(10) 국제공개번호  
WO 2010/050727 A2

- (51) 국제특허분류: B82B 3/00 (2006.01)
  - (21) 국제출원번호: PCT/KR2009/006228
  - (22) 국제출원일: 2009년 10월 27일 (27.10.2009)
  - (25) 출원언어: 한국어
  - (26) 공개언어: 한국어
  - (30) 우선권정보: 10-2008-0105369 2008년 10월 27일 (27.10.2008) KR
  - (71) 출원인 (US 을(를) 제외한 모든 지정국에 대하여): 한국기계연구원 (KOREA INSTITUTE OF MACHINERY & MATERIALS) [KR/KR]; 대전광역시 유성구 장동 171 번지, 305-343 Daejeon-si (KR).
  - (72) 발명자; 겸
  - (75) 발명자/출원인 (US 에 한하여): 한창수 (HAN, Chang-soo) [KR/KR]; 대전광역시 유성구 반석동 양지마을 예미지아파트 509-602, 305-150 Daejeon-si (KR). 정소희 (JEONG, So-hee) [KR/KR]; 대전광역시 유성구 노은동 매봉마을 201-1802, 305-325 Daejeon (KR). 서원식 (SEO, Won-sik) [KR/KR]; 대전광역시 동구 인동어진마을 아파트 101-1401, 300-740 Daejeon-si (KR).
  - (74) 대리인: 이현수 (LEE, Houn-su) 등; 서울특별시 강남구 역삼동 648-1 BYC 빌딩 15층, 135-080 Seoul (KR).
  - (81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
  - (84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), 유럽 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 공개:  
— 국제조사보고서 없이 공개하며 보고서 접수 후 이를 별도 공개함 (규칙 48.2(g))

(54) Title: APPARATUS AND METHOD FOR MANUFACTURING QUANTUM DOT

(54) 발명의 명칭: 양자점 제조 장치 및 양자점 제조 방법

[Fig. 1]



(57) Abstract: The present invention deals with a technology for manufacturing a quantum dot which is a semiconductor crystal of a nano size. The quantum dot manufacturing apparatus comprises a mixer wherein a precursor solution is mixed but is divided into a plurality of fine solutions for mixing so that different solutions may be finely intermixed when a plurality of precursor solutions are mixed in one channel, and a heater part wherein nuclei are generated and grow to form quantum dots as mixed solution output by said mixer passes through. A heating device may be added to this mixer that enables the adjustment of temperature. In addition, a buffer may be furnished between the mixer and the heating furnace that blocks additional nucleus formation at low temperature. In this way, quantum dots may be manufactured at very high flow rate and flux, thus enabling the mass-production of quantum dots.

(57) 요약서:

[다음 쪽 계속]



WO 2010/050727 A2

---

본 발명은 나노 크기의 반도체성 결정인 양자점 제조 기술에 관련된다. 양자점 제조 장치는 전구체 용액을 혼합하되, 복수의 전구체 용액이 하나의 채널에서 혼합될 때 서로 다른 용액이 미세하게 상호 혼합될 수 있도록 다수의 미세한 용액으로 나뉘어져 혼합되는 믹서와, 이 믹서에서 출력되는 혼합된 용액이 통과하면서 핵이 생성되고 성장하여 양자점이 형성되는 가열부를 포함한다. 이 믹서에는 온도를 조절할 수 있는 가열 장치가 추가될 수 있다. 또한 믹서와 가열로 사이에는 낮은 온도로 추가적인 핵 생성을 차단하는 버퍼가 구비될 수 있다. 이에 의해 매우 큰 유량과 유속에서 양자점을 제조할 수 있어 양자점의 대량 생산이 가능하게 된다.

## 명세서

### 양자점 제조 장치 및 양자점 제조 방법

#### 기술분야

- [1] 본 발명은 나노 크기의 반도체성 결정인 양자점 제조 기술에 관련된다.

#### 배경기술

- [2] 양자점(quantum dot)은 벌크 상태에서 반도체성 물질이 가지고 있지 않은 특별한 광학적/전기적 특성을 나타낸다. 나노 양자점은 이 같은 특성을 이용하여 차세대 고효율 LED, 바이오센서, 레이저, 태양전지 나노 소재 등으로 주목받고 있다.
- [3] 종래 이러한 양자점은 주로 실험실에서 고온의 용매에 차가운 전구체를 빠르게 주입시켜 핵을 생성하고, 온도를 가하여 성장시키는 방법으로 생산해왔다. 그러나 반응의 제어가 되지 않아 원하는 입자의 크기를 조절할 수 없고 반응량에 따라 조건이 달라져 균일성 확보를 위한 후공정의 손실 등으로 인해 극히 소량을 생산하는데 그치고 있다. 양자점의 경우 입자의 크기는 광학적/전기적인 특성에 직접적으로 영향을 미치므로, 입경의 균일성은 곧 양자점의 품질을 의미하고, 그 균일성이 일정 이하이면 양자점으로서의 특성을 잃게 되어 상업적으로 의미가 없게 된다.
- [4] 미국특허 6,682,596호에는 전구체와 용매를 섞은 후 일정한 속도로 고온의 열전도성 튜브에 흘려서 양자점을 생산하는 방법을 개시하고 있다. 그러나 이 방법에 의해서도 소량생산일 경우 입경의 균일성은 우수하지만 가는 튜브에서의 혼합 단계에서의 불안정성으로 인해 생산량이 극히 소량에 그치는 문제점을 여전히 가지고 있다.

#### 발명의 상세한 설명

##### 기술적 과제

- [5] 본 발명은 이 같은 문제점을 해결하고자 하는 것으로, 양자점을 종래에 비해 훨씬 대량으로 생산할 수 있는 제조 장치 및 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.
- [6] 나아가 본 발명은 입경이 균일하고 수율이 높으면서도 대량으로 양자점을 생산할 수 있는 제조 장치 및 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

##### 기술적 해결방법

- [7] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 일 양상에 따른 양자점 제조 장치는 복수의 전구체 용액 각각이 유입되는 복수의 입력포트 각각에서 다수의 미세한 경로로 분기되고, 각각의 분기된 미세한 경로가 타 입력포트에서 분기된 미세한 경로와 만난 후, 이들이 모두 취합되어 출력포트로 출력되는 마이크로 믹서를 통해 복수의 전구체 용액이 혼합되는 것을 특징으로 한다.
- [8] 전구체의 혼합 비율은 입자의 직경에 영향을 미친다. 전구체 용액이 급격히

혼합될 경우 국부적으로 혼합 비율은 변동하고, 이에 따라 불규칙한 반응으로 인해 입자의 균일성이 악화된다. 실험실에서 이루어지는 일반적인 양자점 제조 공정이나 미국특허 6,682,596호의 공정에서 대량으로 양자점을 생산하지 못하는 이유 중 하나가 여기에 있다.

- [9] 즉, 본 발명에 따른 믹서를 거치게 되면 용액이 흐르는 관안에서 어느 위치에서든지 매우 균일하게 섞이게 되고, 이는 균일한 핵생성을 유도하게 된다. 이는 기존의 미국특허 6,682,596에서 관의 직경이 커질수록 관안에서의 혼합의 균일성을 확보하기 어렵기 때문에 많은 양을 만들 수 없는 문제를 해결할 수 있게 된다. 이는 마치 이 종래기술에서 채택하는 유사한 크기의 관 수십 내지 수백개를 통해 혼합하는 것과 유사하다. 따라서 본 발명의 믹서를 채택함에 따라 양자점의 대량생산이 가능하게 된다.
- [10] 본 발명은 복수의 전구체 용액 각각이 미세한 스트림으로 분기되고, 이 분기된 상태에서 미세한 용량의 전구체 용액들이 혼합되고, 혼합된 스트림들이 취합되므로, 각각의 미세한 스트림들은 균일한 비율로 혼합이 가능하고, 또 이들을 취합함에 의해 한번에 대량 생산이 가능하게 된다.
- [11] 본 발명의 또다른 양상에 따르면, 전구체 용액들을 혼합하는 믹서는 가열된다. 이때 가열되는 온도는 양자점 생성 온도 범위인 것이 바람직하다.
- [12] 믹서를 상온에 유지하여도 혼합하는 과정에서 일부 양자점 핵들이 생성된다. 이는 전체적인 입자의 직경의 균일성에 악영향을 미친다. 본 발명은 믹서가 가열로 내부에 위치함으로써 최대한 핵 생성되는 시간 간격을 짧고 일정하게 유지하여 입자의 직경의 균일성을 한층 개선한다.
- [13] 본 발명의 또다른 양상에 따른 양자점 제조 장치는 가열되는 믹서와 가열로 사이에 상대적으로 낮은 온도에서 용액을 통과시키는 버퍼를 더 구비한다.
- [14] 이 같은 버퍼에 의해 양자점의 핵 생성 과정은 확실히 중단되고, 따라서 핵 생성 과정과 핵 성장 과정은 좀 더 명확히 구분되어 제조된 양자점의 입자의 크기의 균일성이 한층 더 개선된다.
- [15] 본 발명의 또다른 양상에 따른 양자점 제조 장치는 혼합된 전구체 용액을 제 1 온도로 가열된 제 1 가열부와, 제 1 온도보다 낮은 제 2 온도로 가열된 제 2 가열부를 통해 순차적으로 가열하는 것을 특징으로 한다.
- [16] 단일의 가열로를 사용하는 양자점 제조 장치의 경우 양자점 핵 생성과 성장이 동시에 진행되면서, 먼저 생긴 핵과 나중에 생긴 핵이 존재하게 되고 결국은 핵성장이 진행되고 나면 크기가 다른 양자점들이 생기게 되어 입자의 크기가 불균일해진다.
- [17] 일반적으로 양자점의 핵 생성 온도와 핵 성장 온도는 일부 겹치지만 핵 생성 온도 대역이 핵 성장 온도 대역에 높은 범위에 걸친다. 본 발명은 제 1 온도에서 핵 생성이 일어나고, 제 2 온도에서 생성된 핵이 성장하면서 핵 생성과 핵 성장이 어느 정도 분리되어 제조된 양자점의 입자의 크기의 균일성이 개선된다.
- [18] 본 발명의 또다른 양상에 따른 양자점 제조 장치는 제 1 가열부와 제 2 가열부

사이에 제 1 온도 및 제 2 온도보다 낮은 제 3 온도로 식힌 온도에서 용액을 통과시키는 버퍼를 더 구비한다.

### 유리한 효과

- [19] 이 같은 버퍼에 의해 양자점의 핵 생성 과정은 확실히 중단되고, 따라서 핵 생성 과정과 핵 성장 과정은 좀 더 명확히 구분되어 제조된 양자점의 입자의 크기의 균일성이 한층 더 개선된다.
- [20] 또 본 발명은 전구체 용액을 혼합할 때 미세한 스트림으로 분기시킨 상태에서 혼합한 후 취합하는 방식을 취함으로써 대량의 용액이 소량과 마찬가지로 균일하게 혼합되어 결과적으로 양자점 생산량을 늘일 수 있다.
- [21] 본 발명은 양자점의 핵 생성과정과 핵 성장 과정을 분리시켜 입자의 직경이 균일하여 양자점 제조 방법의 수율을 높일 수 있다.

### 도면의 간단한 설명

- [22] 도 1은 본 발명의 바람직한 일 실시예에 따른 양자점 제조 장치의 전체적인 구성을 대략적으로 도시한 도면이다.
- [23] 도 2는 본 발명의 바람직한 일 실시예에 따른 믹서의 개략적인 구조를 도시한다.
- [24] 도 3는 본 발명의 또다른 바람직한 일 실시예에 따른 믹서의 개략적인 구조를 도시한다.
- [25] 도 4은 본 발명의 또다른 실시예에 따른 양자점 제조 장치의 개략적인 구성을 도시한다.
- [26] 도 5는 본 발명의 또다른 실시예에 따른 양자점 제조 장치의 개략적인 구성을 도시한다.
- [27] 도 6 및 도 7은 도 4에 따른 장비를 사용하여 제 1 가열로 및 제 2 가열로의 온도 변화에 따른 양자점 크기의 실험 결과이다.

### 발명의 실시를 위한 최선의 형태

- [28] 전술한 그리고 추가적인 본 발명의 양상들은 후술하는 실시예들을 통해 보다 명백해질 것이다. 이하에서는 이 같은 본 발명의 양상들을 첨부된 도면을 참조하여 기술되는 바람직한 실시예들을 통해 당업자라면 누구나 용이하게 이해하고 재현할 수 있을 정도로 상세히 설명한다.
- [29] 도 1은 본 발명의 바람직한 일 실시예에 따른 양자점 제조 장치의 전체적인 구성을 대략적으로 도시한 도면이다. 도시된 바와 같이, 일 실시예에 따른 양자점 제조 장치는 상이한 전구체가 용해된 복수의 전구체 용액 각각을 균일한 유량과 일정한 속도로 주입하는 펌프들(10-1, 10-2)과, 두 전구체 용액 각각이 균일하게 혼합되는 믹서(12)와, 혼합된 전구체 용액이 통과하는 동안 가열되면서 핵이 생성되고 성장하는 가열로(16)를 포함한다.
- [30] 본 실시예에 있어서 전구체(precursor) 용액들은 현재 상업적으로 활용도가 높은 Cd 전구체 용액 및 Se 전구체 용액이다. Cd 전구체 용액은 3구 플라스크에

카드뮴 염(Cadmium salt)과 스쿠알렌(Squalane) 및 올레산(Oleic acid)을 질소등 불활성 분위기하에 150°C에서 용해시킨 후, 진공분위기 100°C에서 90분간 반응시켜 카드뮴 올레산염(cadmium oleate)를 형성시키고, 수분 등 불순물을 제거한 후 상온으로 냉각시킨 전구체에 올레일라민(Oleylamine)을 넣어 완성한다. Se 전구체 용액 dms TOP(Tri-n-octylphosphine) 에 셀레늄 샷(Selenium shot)을 용해시켜 TOP Se 용액을 만들고 스쿠알렌(Squalane)으로 희석시켜 준비한다.

- [31] 이렇게 만들어진 두 전구체 용액은 각각 펌프(10-1, 10-2)를 통해 믹서(12)로 공급한다. 펌프(10-1,10-2)는 균일한 유량으로 공급하는 유량 펌프이다. 유량 펌프의 펌핑 속도는 통상 0.01~1000 ml/min 범위이다. 두 전구체 용액은 독립적인 별도의 펌프로 공급될 수도 있고, 하나의 구동원에 연결되어 동일한 유량을 공급하는 복수의 채널을 구비한 단일의 유량 펌프를 통해 공급될 수도 있다. 두 전구체 용액은 동일한 유량으로 공급될 수도 있고 상이한 유량으로 공급될 수도 있다. 전구체 비율에 따라 양자점 크기나 특성이 달라질 수 있다. 본 발명에 있어서 두 전구체 용액의 혼합 비율은 형성되는 양자점의 크기에 영향을 미친다. Cd 전구체 용액 및 Se 전구체 용액의 혼합 비율은 통상 2:1~1:30의 범위이다.
- [32] 도 2는 본 발명의 바람직한 일 실시예에 따른 믹서(12)의 개략적인 구조를 도시한다. 그러나 본 발명이 반드시 이러한 종류의 믹서로 제한되는 것은 아니다. 도시된 믹서는 두 전구체 용액 각각이 유입되는 두개의 입력포트(12-2, 12-4) 각각에서 다수의 미세한 경로로 분기되고(12-1), 각각의 분기된 미세한 경로가 타 입력포트에서 분기된 미세한 경로와 개별적으로 만난 후(12-3), 이들이 모두 취합되어(12-5) 출력포트(12-6)로 출력되는 구조로 형성된다.
- [33] 입력 포트(12-2,12-4)를 지난 배관은 모두 유체역학적으로 동일한 특성을 가지는 다수의 경로로 분기된다(12-1). 따라서 입력포트에 유입된 전구체 용액은 동일한 유량을 가지는 다수의 스트림으로 나누어진다. 각 분기된 마이크로 배관들은 직경 혹은 폭이 수 내지 수십 마이크로, 예를 들어 2.5 $\mu$ m 정도의 크기를 가지는 것이 바람직하다. 마이크로 배관들은 타 입력포트에서 분기된 마이크로 배관과 만난다(12-3). 이 부분에서 한 전구체 용액의 마이크로 스트림이 타 전구체 용액의 마이크로 스트림과 혼합된다. 특히 혼합 영역(12-3) 부근에서 용액이 난류(turbulence)를 형성하여 혼합이 충분히 촉진되도록 마이크로 배관들은 혼합 영역 직전에서 뒤틀어지는 형태로 제작되는 것이 바람직하다. 두 마이크로 배관이 만나는 각도를 충분히 작게 유지하여 만나는 영역의 단면적을 최대로 확보하는 것도 중요하다.
- [34] 이러한 스트림은 각각 물리적으로 떨어져 있는 독립적인 배관들을 연결하여 구성할 수도 있으며, 또한 하나의 배관안에서 여러 스트림으로 나뉘어 혼합되도록 믹서내부의 구조를 제작할 수 있다.
- [35] 혼합 영역에서 만난 단일의 배관은 출력 포트(12-6)로 취합된다(취합 영역, 12-5). 이미 전구체 용액들이 혼합 영역(12-3)에서 충분히 균일하게 섞였기

- 때문에 취합 영역(12-5)에서는 그리 특별한 구조가 요구되지 않는다.
- [36] 본 명세서에서 '배관'이라는 용어는 일반적인 관 형태의 배관 뿐 아니라 유체의 흐름을 제한하는 일반적인 구조체, 예를 들면 두 금속판의 마주보는 면을 패터닝하고 이들을 합착하여 만드는 형태와 같은 일반적인 구성을 포괄하도록 해석된다.
- [37] 도 2에 제시된 실시예와 같은 구조의 믹서는 마이크로 배관이 일반적인 원통 배관보다는 이 같은 금속판의 패터닝을 통해 제작하는 것이 더 유리하다.
- [38] 도 3는 본 발명의 또다른 바람직한 일 실시예에 따른 믹서(12)의 개략적인 구조를 도시한다. 도시된 믹서는 두 전구체 용액 각각이 유입되는 두개의 입력포트(13-1, 13-3) 각각에서 유입된 용액은 다수의 관통홀(13-2, 도시의 편의를 위해 하나에 대해서만 점선 도시함)이 천공된 분기관(13-4)을 통해 미세한 스트림으로 나누어지고, 이 미세한 스트림들이 타측 분기관(13-6)의 대응되는 스트림들과 혼합부(13-8)에서 부딪히면서 혼합된다. 미세한 스트림들은 펌핑에 의한 가압의 영향으로 분기관(13-4, 13-6)을 통과한 후에도 일정한 거리까지 스트림이 유지된다. 혼합부(13-8)의 길이(d)는 펌핑의 압력 등을 고려하여 충분히 좁게 설정된다.
- [39] 혼합부(13-8)에서 혼합된 스트림들은 출력 포트(13-7)로 가는 도중에 취합된다. 믹서(12)가 놓여지는 방향에 따라 중력 방향이 달라지므로 취합되는 영역이 달라질 수 있다. 출력 포트(13-7)는 혼합부(13-8)에서 스트림 상태로 혼합되어질 수 있도록 두 입력 포트로부터의 유량에 맞추어 적절한 직경을 가져야 한다.
- [40] 펌핑되어 유입되는 혼합 용액들이 미세한 스트림 상태에서 혼합되기 때문에 균일한 혼합이 가능하게 된다.
- [41] 믹서의 출력 포트(12-6)에 연결된 배관(19)은 구리와 같은 열전도성이 극히 양호한 배관으로, 가열로(16), 냉각부(18)를 가로질러 지나간다. 도면에서 이 배관(19)은 직선으로 도시되었으나, 가열 혹은 냉각의 효과를 높이기 위해 나선형으로 감기거나 다른 곡선 형태로 될 수도 있다. 가열로(16)를 거치면서 혼합된 전구체 용액에서는 양자점 핵이 생성되고, 생성된 핵이 성장하여 양자점이 생산된다.
- [42] 본 발명의 또다른 양상에 따라, 마이크로 믹서 주변에 그 마이크로 믹서를 일정한 온도로 가열하는 믹서 가열부가 추가로 구비될 수 있다. 도시된 실시예에 있어서 믹서 가열부는 믹서(12) 내에 내장된 열선으로 구현된다. 이에 의해 실질적으로 두 개의 가열부가 존재하게 된다. 믹서 가열부는 핵 생성에 적합한 제 1 온도 영역으로 가열된다. 가열로(16)는 핵 성장에 적합한 제 2 온도 영역으로 가열된다. 믹서 가열부는 가열로(16)보다 더 고온으로 유지된다.
- [43] 이 경우 믹서 가열부에 비해 가열로(16)는 가열 구간의 길이가 훨씬 길다. 또한 작은 입경의 양자점을 합성하고자 할 때 믹서 가열부는 가열로(16)보다 더 고온으로 유지되고 큰 입경의 양자점을 합성하고자 할 때 믹서 가열부의 온도는 상대적으로 낮은 것이 유리하다. 바람직한 믹서 가열부의 가열온도는 170 ~

380°C 범위이다. 바람직한 가열로(16)의 가열온도는 260 ~ 350 °C 범위이다.

- [44] 본 발명자들은 종래 방법에 있어서 양자점 핵의 성장 중에 양자점 핵 생성이 계속 일어나면서 각 핵들이 성장하는 시간이 달라지고 이것이 제조되는 양자점의 입경이 불균일한 주된 원인이라는 사실을 알아냈다. 이에 따라 본 발명자들은 양자점 핵 생성과 양자점 핵 성장을 최대한 분리시키기 위해 노력했다. 양자점 핵 생성은 양자점 핵 성장에 비해 높은 온도가 요구된다. 믹서 가열부는 이 높은 온도로 설정되고 길이를 짧게 만든다. 이에 따라 혼합된 전구체 용액은 고온에서 짧은 시간동안 노출된다. 핵 생성이 보다 짧은 순간동안 이루어지므로, 균일한 입경을 달성하는데 유리하다. 가열로(16)는 상대적으로 낮은 온도로 설정되고 길이는 길다. 믹서 가열부에서 생성된 양자점 핵들은 가열로(16)에서 용액 중에 핵을 생성하고 남아있는 잔여 전구체들에 의해 성장한다. 가열로(16)에서의 노출 시간은 제조되는 양자점의 평균 입경과 관련된다.
- [45] 본 발명의 유리한 또다른 양상에 따라, 일 실시예에 따른 양자점 제조 장치는 믹서 가열부와 가열로(16) 사이에 상대적으로 낮은 온도에서 용액을 통과시키는 버퍼를 더 포함할 수 있다. 도시된 실시예에 있어서, 버퍼는 믹서(12)와 가열로(16) 사이에 배관(19)이 공기중에 노출되는 구간으로 구현된다. 이 구간에서 배관(19) 내의 전구체 용액들은 상온에 노출되고 이에 따라 핵 생성이 실질적으로 중단된다. 버퍼의 존재에 의해 핵 생성과 핵 성장은 보다 명확히 나누어진다. 그러나 버퍼는 도시된 예에 한정되는 것은 아니며 보다 저온의 가열로이거나 혹은 반대로 공냉식 혹은 수냉식 냉각기일 수도 있다.
- [46] 가열로(16)에서 요구되는 크기로 성장한 양자점들은 냉각부(18)를 거치면서 핵 성장이 완전히 중단된다. 도시된 실시예에 있어서 냉각부(18)는 배관(18-1,18-2,18-3)을 통해 물 재킷으로 순환수가 공급되는 수냉식이다. 그러나 이에 한정되지는 않으며, 공냉식 등 다양한 방식이 가능하다. 완성된 양자점들이 포함된 용액은 용기(20)로 배출된다.
- [47] 도 4은 본 발명의 또다른 바람직한 일 실시예에 따른 양자점 제조 장치의 전체적인 구성을 대략적으로 도시한 도면이다. 도시된 바와 같이, 일 실시예에 따른 양자점 제조 장치는 상이한 전구체가 용해된 복수의 전구체 용액 각각을 균일한 유량과 일정한 속도로 주입하는 펌프들(10-1, 10-2)과, 두 전구체 용액 각각이 균일하게 혼합되는 믹서(12)와, 혼합된 전구체 용액이 통과하는 동안 제 1 온도로 가열하여 다수의 양자점 핵들을 생성하는 제 1 가열부(14)와, 용액이 통과하는 동안 제 1 온도보다 낮은 제 2 온도로 가열하여 생성된 핵들을 용액의 잔여 전구체에 의해 성장시키는 제 2 가열부(16)를 포함한다. 두 개의 가열부(14,16)는 별도의 가열로(furnace)로 구현될 수도 있고, 하나의 가열로에서 독립적으로 온도 조절 가능한 두 개의 가열 영역으로 구현될 수도 있다. 예를 들어 외관적으로 하나의 가열로(furnace)이지만, 독립된 2 조의 열선을 사용할 경우 2개의 가열부로 볼 수 있다.

- [48] 본 실시예에 있어서 전구체(precursor) 용액들은 현재 상업적으로 활용도가 높은 Cd 전구체 용액 및 Se 전구체 용액이다. Cd 전구체 용액은 3구 플라스크에 카드뮴 염(Cadmium salt)과 스쿠알렌(Squalane) 및 올레산(Oleic acid)을 질소등 불활성 분위기하에 150°C에서 용해시킨 후, 진공분위기 100°C에서 90분간 반응시켜 카드뮴 올레산염(cadmium oleate)를 형성시키고, 수분 등 불순물을 제거한 후 상온으로 냉각시킨 전구체에 올레이라민(Oleylamine)을 넣어 완성한다. Se 전구체 용액 dms TOP(Tri-n-octylphosphine) 에 셀레늄 샷(Selenium shot)을 용해시켜 TOP Se 용액을 만들고 스쿠알렌(Squalane)으로 희석시켜 준비한다.
- [49] 이렇게 만들어진 두 전구체 용액은 각각 펌프(10-1, 10-2)를 통해 믹서(12)로 공급한다. 펌프(10-1,10-2)는 균일한 유량으로 공급하는 유량 펌프이다. 유량 펌프의 펌핑 속도는 통상 0.01~ 1000ml/min 범위이다. 또한 이 범위의 유량을 가지는 펌프의 사용도 가능하다. 두 전구체 용액은 독립적인 별도의 펌프로 공급될 수도 있고, 하나의 구동원에 연결되어 동일한 유량을 공급하는 복수의 채널을 구비한 단일의 유량 펌프를 통해 공급될 수도 있다. 두 전구체 용액은 동일한 유량으로 공급될 수도 있고 상이한 유량으로 공급될 수도 있다. 전구체 비율에 따라 양자점 크기나 특성이 달라질 수 있다. 본 발명에 있어서 두 전구체 용액의 혼합 비율은 형성되는 양자점의 크기에 영향을 미친다. Cd 전구체 용액 및 Se 전구체 용액의 혼합 비율은 통상 2:1~1:30의 범위이다.
- [50] 도시된 실시예에 있어서 믹서(12)는 도 2 또는 도 3에 도시된 바와 유사한 구성을 가진다. 믹서의 출력 포트(12-6)에 연결된 배관(19)은 구리와 같은 열전도성이 극히 양호한 배관으로, 제 1 가열부(14), 제 2 가열부(16), 냉각부(18)를 가로질러 지나간다. 도면에서 이 배관(19)은 직선으로 도시되었으나, 가열 혹은 냉각의 효과를 높이기 위해 나선형으로 감기거나 다른 곡선 형태로 될 수도 있다.
- [51] 제시된 실시예에 있어서, 제 1 가열부(14)와 제 2 가열부(16)는 폭은 동일하지만 길이는 제 2 가열부(16)가 훨씬 길다. 또한 작은 입경의 양자점을 합성하고자 할 때 제 1 가열부(14)는 제 2 가열부(16)보다 더 고온으로 유지되고 큰 입경의 양자점을 합성하고자 할 때 제 1 가열부의 온도는 상대적으로 낮은 것이 유리하다. 바람직한 제 1 가열부(14)의 가열온도는 170 ~ 380°C 범위이다. 바람직한 제 2 가열부(16)의 가열온도는 260 ~ 350 °C 범위이다.
- [52] 본 발명자들은 종래 방법에 있어서 양자점 핵의 성장 중에 양자점 핵 생성이 계속 일어나면서 각 핵들이 성장하는 시간이 달라지고 이것이 제조되는 양자점의 입경이 불균일한 주된 원인이라는 사실을 알아냈다. 이에 따라 본 발명자들은 양자점 핵 생성과 양자점 핵 성장을 최대한 분리시키기 위해 노력했다. 양자점 핵 생성은 양자점 핵 성장에 비해 높은 온도가 요구된다. 제 1 가열부(14)는 이 높은 온도로 설정되고 길이를 짧게 만든다. 이에 따라 혼합된 전구체 용액은 고온에서 짧은 시간동안 노출된다. 핵 생성이 보다 짧은 순간동안

이루어지므로, 균일한 입경을 달성하는데 유리하다. 제 2 가열부(16)는 상대적으로 낮은 온도로 설정되고 길이는 길다. 제 1 가열부(14)에서 생성된 양자점 핵들은 제 2 가열부(16)에서 용액 중에 핵을 생성하고 남아있는 잔여 전구체들에 의해 성장한다. 제 2 가열부(16)에서의 노출 시간은 제조되는 양자점의 평균 입경과 관련된다.

- [53] 본 발명의 유리한 또다른 양상에 따라, 일 실시예에 따른 양자점 제조 장치는 제 1 가열부(14)와 제 2 가열부(16) 사이에 제 1 온도 및 제 2 온도보다 낮은 제 3 온도로 식힌 온도에서 용액을 통과시키는 버퍼(17)를 더 포함한다. 도시된 실시예에 있어서, 버퍼(17)는 두 가열부(14,16) 사이에 배관(19)이 공기중에 노출되는 구간으로 구현된다. 이 구간에서 배관(19) 내의 전구체 용액들은 상온에 노출되고 이에 따라 핵 생성이 실질적으로 중단된다. 버퍼(17)의 존재에 의해 핵 생성과 핵 성장은 보다 명확히 나누어진다. 그러나 버퍼(17)는 도시된 예에 한정되는 것은 아니며 보다 저온의 가열로이거나 혹은 반대로 공냉식 혹은 수냉식 냉각기일 수도 있다.
- [54] 제 2 가열부에서 요구되는 크기로 성장한 양자점들은 냉각부(18)를 거치면서 핵 성장이 완전히 중단된다. 도시된 실시예에 있어서 냉각부(18)는 배관(18-1,18-2,18-3)을 통해 물 재킷으로 순환수가 공급되는 수냉식이다. 그러나 이에 한정되지 않으며, 공냉식 등 다양한 방식이 가능하다. 완성된 양자점들이 포함된 용액은 용기(20)로 배출된다.
- [55] 도 5는 본 발명의 또다른 실시예에 따른 양자점 제조 장치의 개략적인 구성을 도시한다. 도 4과 유사한 구성요소에는 동일한 도면부호로 인용한다. 도시된 바와 같이, 제시된 실시예에 따른 양자점 제조 장치는 믹서를 둘러싸서 믹서를 일정한 온도로 가열하는 믹서 가열부(14')를 더 포함한다. 본 실시예에 있어서, 믹서 가열부(14')는 제 1 가열로(14')와 동일한 가열로이고, 상기 믹서(12)는 제 1 가열로(14') 내에 위치한다. 그러나 본 발명은 이에 한정되지 않으며, 믹서 가열부는 제 1 가열로와 별도로 구비된 가열로일 수 있다. 또다른 예에 있어서 믹서 가열부는 믹서에 내장된 열선으로 구현될 수도 있다.
- [56] 믹서에서 혼합되는 동안에, 비록 상온일지라도 혼합되는 양자점 핵이 생성될 수 있다. 본 실시예에서는 믹서가 가열로(14') 내부에서 고온으로 유지되므로, 두 전구체 용액이 혼합되면서부터 핵 생성이 개시되는 순간부터 가열로(14')를 벗어나는 순간까지가 비교적 일정한 시간이 유지되므로 핵의 입경의 균일성이 개선된다.
- [57] 이하에서는 본 발명의 일 양상에 따른 양자점 제조 방법에 대해 설명한다. 본 발명에 따른 양자점 제조 방법은 상이한 전구체가 용해된 복수의 전구체 용액 각각을 펌핑하여 공급하는 펌핑 단계와, 각각의 전구체 용액들이 균일하게 혼합되는 혼합 단계와, 혼합된 전구체 용액이 가열로를 통과하면서 핵이 만들어지고, 점차적으로 성장시키는 가열 단계를 포함한다.
- [58] 본 발명의 또다른 양상에 따라, 상기 가열 단계는 혼합된 전구체 용액이

통과하는 동안 제 1 온도로 가열하여 다수의 양자점 핵들을 생성하는 핵 생성단계와, 용액이 통과하는 동안 제 1 온도와 다른 제 2 온도로 가열하여 생성된 핵들을 용액의 잔여 전구체에 의해 성장시키는 핵 성장 단계를 포함할 수 있다. 핵 생성 단계의 제 1 온도는 핵 성장 단계의 제 2 온도보다 높고, 핵 생성단계는 핵 성장단계보다 시간적으로 짧다. 또한 핵 생성단계와 상기 핵 성장 단계 사이에 제 1 온도 및 제 2 온도보다 낮은 제 3 온도로 식힌 온도에서 용액을 통과시키는 버퍼링 단계를 더 포함할 수 있다.

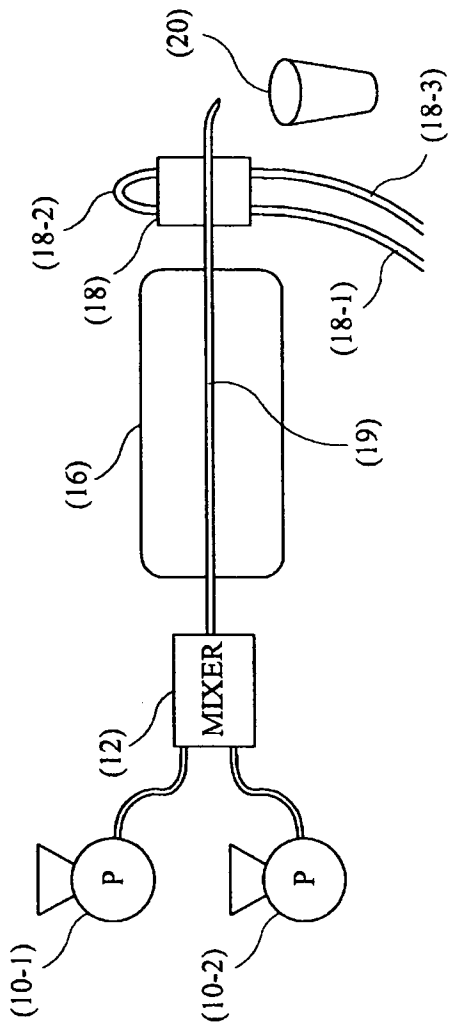
- [59] 본 발명의 또다른 양상에 따라, 혼합 단계가 일정한 온도로 가열된 상태에서 진행될 수도 있다. 이 경우 혼합 단계 및 가열 단계 사이에 혼합된 전구체 용액들이 통과하면서 상대적으로 저온인 구간을 통과하는 버퍼링 단계를 더 포함할 수 있다.
- [60] 도 6 및 도 7은 도 4에 따른 장비를 사용하여 제 1 가열로 및 제 2 가열로의 온도 변화에 따른 양자점 크기의 실험 결과이다. 양자점에서 입경의 크기는 발광 파장대와 밀접한 관련이 있다. 유속이 1ml/min 이고, 전구체 비율이 1:1 인 경우 제 1 가열로 및 제 2 가열로의 온도가 170°C, 380°C일 때 600 nm에서 발광하는 양자점을, 170°C, 360°C 일 때 580 nm에서 발광하는 양자점을, 270°C, 330°C 일 때 570 nm에서, 380°C, 300°C 일 때 550 nm, 그리고 380°C, 260°C일 때 520 nm에서 발광하는 양자점이 제조되었다. 도 7은 입경의 균일성을 나타내는 도표이다. 추가 공정 없이 입경 균일도가 매우 높은 양자점 (FWHM 35 nm)이 고 유속 조건 (1ml/min, 실시예) 에서 생성됨을 알 수 있다. 즉, 종래기술과 달리 본 발명에 따른 믹서를 사용함으로써 다양한 범위의 균일한 입경을 가진 양자점이 대량으로 제조되었다.
- [61] 이상에서 본 발명은 첨부된 도면을 참조하여 기술되는 실시예들을 중심으로 기술되었다. 하지만 본 발명은 이에 한정되는 것은 아니며, 당업자라면 누구나 도출할 수 있는 자명한 변형예들을 포괄하도록 특허청구범위를 통해 의도되었다.

## 청구범위

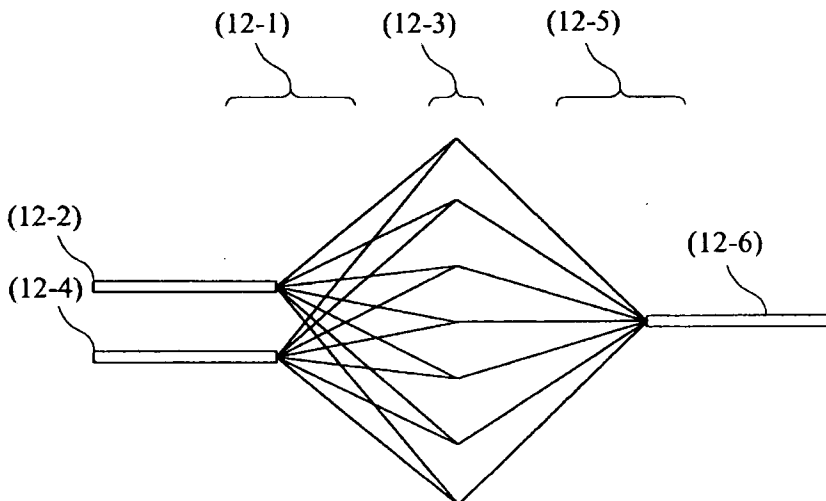
- [1] 상이한 전구체가 용해된 복수의 전구체 용액 각각을 유량으로 공급하는 적어도 하나의 펌프와;  
 상기 복수의 전구체 용액 각각이 유입되는 복수의 입력포트 각각에서 다수의 미세한 경로로 분기되고, 각각의 분기된 미세한 경로가 타 입력포트에서 분기된 미세한 경로와 만난 후, 이들이 모두 취합되어 출력포트로 출력되는 마이크로 믹서와;  
 상기 출력포트에서 출력되는 혼합된 용액이 통과하면서 핵이 생성되고 성장하여 양자점이 형성되는 가열부;  
 를 포함하는 양자점 제조 장치.
- [2] 제 1 항에 있어서, 상기 양자점 제조 장치가:  
 상기 마이크로 믹서 주변에 그 마이크로 믹서를 일정한 온도로 가열하는 믹서 가열부;를 더 포함하는 양자점 제조 장치.
- [3] 제 2 항에 있어서, 상기 양자점 제조 장치가 상기 믹서 가열부와 상기 가열부 사이에 상대적으로 저온인 버퍼를 더 포함하는 양자점 제조 장치.
- [4] 제 2 항에 있어서, 상기 믹서 가열부는 상기 가열부와 일체로 형성되어 상기 마이크로 믹서가 상기 가열부 내에 위치하는 양자점 제조 장치.
- [5] 제 1 항 내지 제 4 항 중의 어느 한 항에 있어서, 상기 양자점 제조 장치가:  
 상기 가열부에서 출력되는 용액을 급격히 식히는 냉각부;  
 를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 양자점 제조 장치.
- [6] 상이한 전구체가 용해된 복수의 전구체 용액 각각을 균일한 유량과 일정한 속도로 펌핑하여 공급하는 펌핑 단계와;  
 각각의 전구체 용액들이 다수의 미세한 흐름으로 분할된 후, 이 분할된 흐름들이 타 전구체 용액의 분할된 미세한 흐름과 개별적으로 혼합되고, 혼합된 용액들이 다시 취합되는 혼합 단계와;  
 혼합된 용액을 일정한 온도로 가열하여 핵을 생성하고 성장시키는 가열 단계;  
 를 포함하는 양자점 제조 방법.
- [7] 제 6 항에 있어서,  
 상기 혼합 단계가 일정한 온도로 가열된 상태에서 진행되는 양자점 제조 방법.
- [8] 제 7 항에 있어서, 상기 혼합 단계 및 가열 단계 사이에 혼합된 전구체 용액들이 통과하면서 상대적으로 저온인 구간을 통과하는 버퍼링 단계;를 더 포함하는 양자점 제조 방법.
- [9] 제 6 항 또는 제 8 항 중의 어느 한 항에 있어서, 상기 양자점 제조 장법이 상기 가열 단계 이후에:  
 용액을 급격히 식히는 냉각 단계;

를 더 포함하는 양자점 제조 방법.

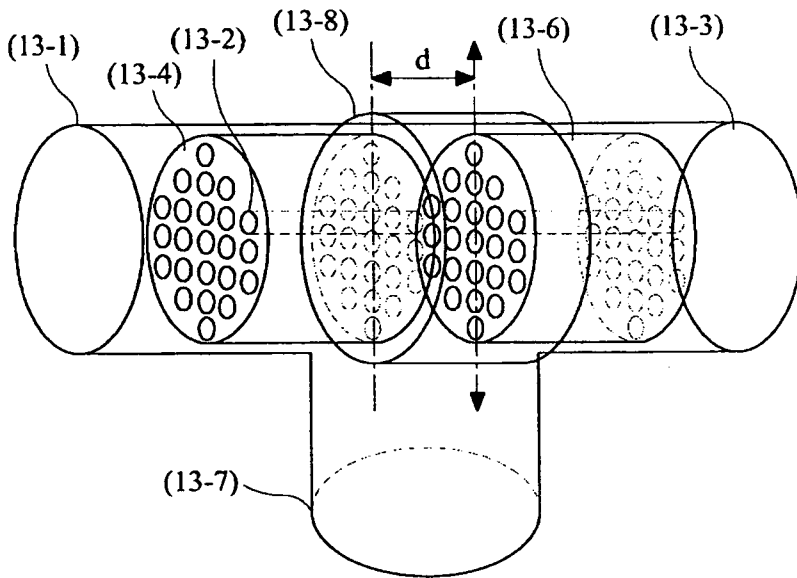
[Fig. 1]



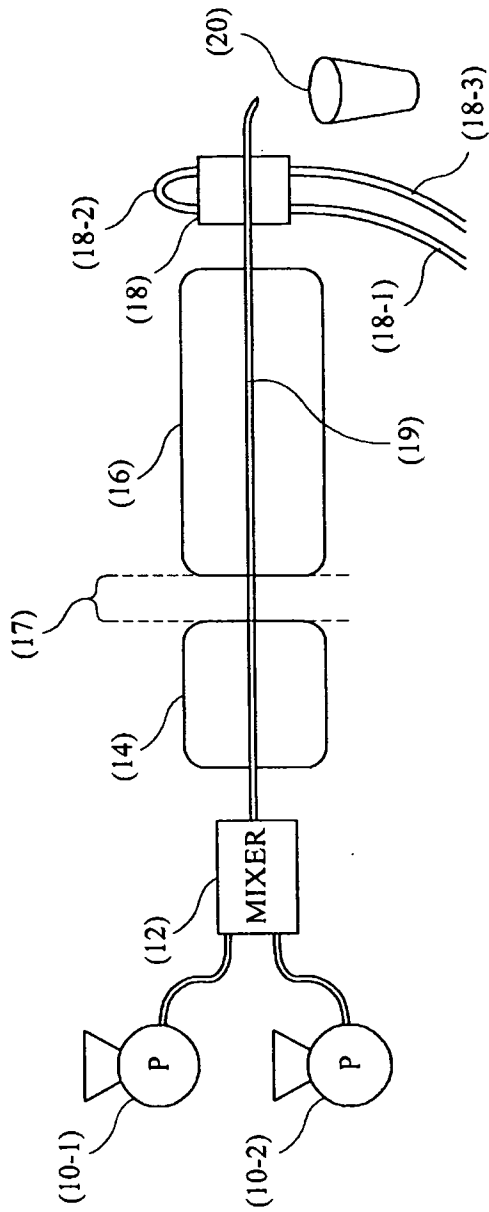
[Fig. 2]



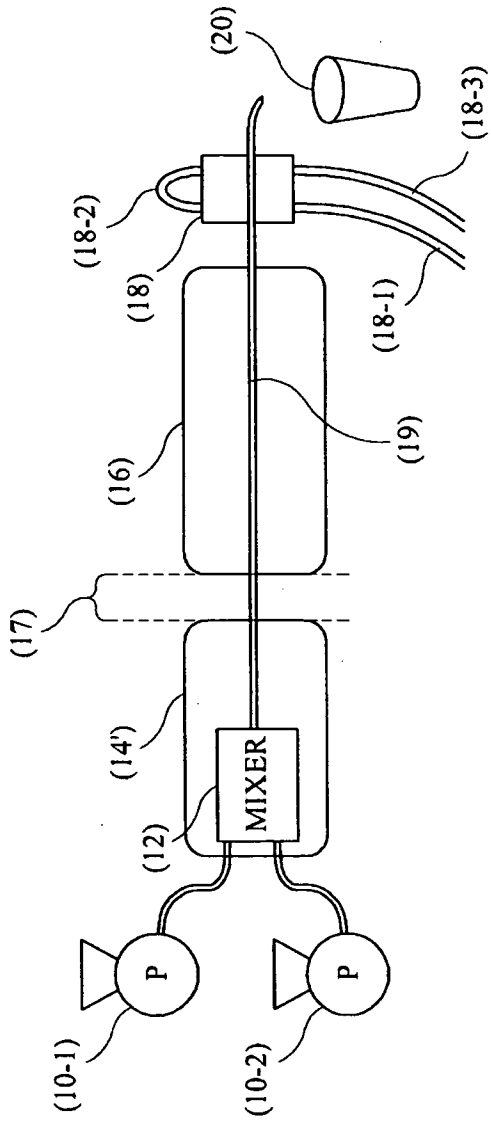
[Fig. 3]



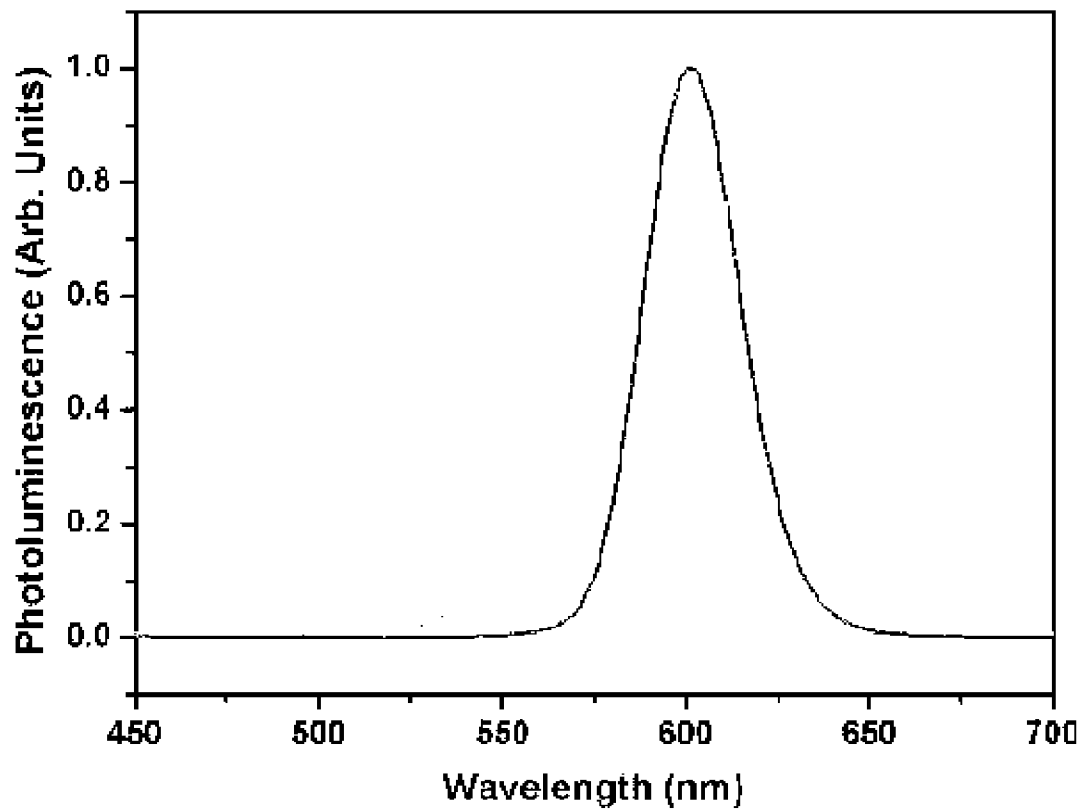
[Fig. 4]



[Fig. 5]



[Fig. 6]



[Fig. 7]

	PL Max (nm)	FWHM (nm)	PL Max (nm)	FWHM (nm)	PL Max (nm)	FWHM (nm)
	601nm	35nm	582nm	37nm	570nm	33nm
			555nm	34nm	518nm	33nm