



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0046148
(43) 공개일자 2013년05월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B82B 3/00 (2006.01) B82B 1/00 (2006.01)

B82Y 40/00 (2011.01)

(21) 출원번호 10-2011-0110538

(22) 출원일자 2011년10월27일

심사청구일자 2011년10월27일

(71) 출원인

인하대학교 산학협력단

인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)

(72) 발명자

이종무

경기도 고양시 일산동구 산두로 128, 건영빌라 912-303 (정발산동, 밤가시마을)

김현수

경기도 남양주시 진접읍 장현로 60-22, 302호 (고려주택)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

이원희

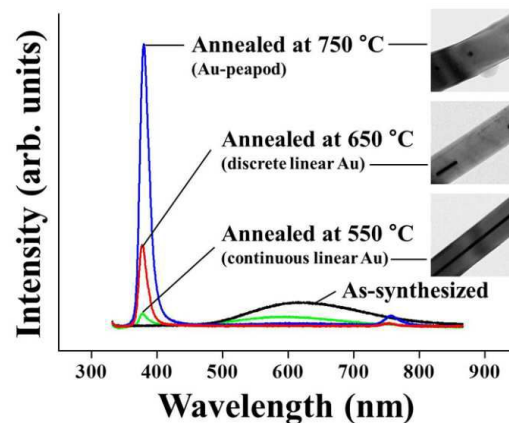
전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 귀금속을 포함하는 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조방법 및 이에 의해 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어

(57) 요약

본 발명은 귀금속을 포함하는 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조방법 및 이에 의해 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어에 관한 것으로 더욱 구체적으로는 귀금속 촉매가 코팅된 기판을 불활성 분위기에서 가열하는 단계 (단계 1); 상기 단계 1에서 가열된 기판에 불활성 기체 및 산소 기체가 흐르는 분위기에서 나노와이어의 셀을 구성하는 원료로서 인듐 및 주석의 혼합분말을 포함하는 나노와이어 원료를 기상으로 공급하여 귀금속이 코어를 이루고 인듐 주석 산화물이 셀을 이루는 나노와이어를 형성시키는 단계 (단계 2); 및 상기 단계 2에서 제조된 나노와이어를 불활성 분위기에서 열처리하는 단계 (단계 3);를 포함하는 나노와이어 내부에 귀금속을 포함하는 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 의하면 상기의 제조방법을 통해 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어는 열처리를 통해 광특성이 향상되어 자외선 영역에서 강한 빛을 방출할 수 있어, 콤팩트디스크(CD), 디지털다기능디스크(DVD)의 저장용량을 증대시킬 수 있는 단파장 발광소자, 백색조명의 구현에 활용될 수 있는 단파장 발광다이오드(LED) 및 광 스위치로도 활용될 수 있다.

대표도 - 도4



(72) 발명자

박성훈

인천광역시 부평구 길주로 640, 5동 307호 (부개동, 대동아파트)

진창현

인천광역시 남구 인주대로224번길 18, 402호 (용현동, 인하오피스텔)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 43387-1

부처명 교육과학기술부

연구사업명 중점연구소

연구과제명 (정부 및 산업체) 그린 생체모방형 임플란터블 전자칩 및 U-생체정보처리 플랫폼 융합기술 개발 (정보전자공동연구소)

주관기관 인하대학교 산학협력단

연구기간 2011.05.01 ~ 2012.04.30

특허청구의 범위

청구항 1

귀금속 촉매가 코팅된 기판을 불활성 분위기에서 가열하는 단계 (단계 1);

상기 단계 1에서 가열된 기판에 불활성 기체 및 산소 기체가 흐르는 분위기에서 나노와이어의 셸을 구성하는 원료로서 인듐 및 주석의 혼합분말을 포함하는 나노와이어 원료를 기상으로 공급하여 귀금속이 코어를 이루고 인듐 주석 산화물이 셸을 이루는 나노와이어를 형성시키는 단계 (단계 2); 및

상기 단계 2에서 제조된 나노와이어를 불활성 분위기에서 열처리하는 단계 (단계 3); 를 포함하는 나노와이어 내부에 귀금속을 포함하는 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서, 상기 단계 1의 귀금속 촉매는 금, 은 및 백금으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 나노와이어 내부에 귀금속을 포함하는 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조방법.

청구항 3

제 1항에 있어서, 상기 단계 1의 기판을 800 ~ 1000 °C 로 가열시키는 것을 특징으로 하는 나노와이어 내부에 귀금속을 포함하는 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조방법.

청구항 4

제 1항에 있어서, 상기 단계 2의 나노와이어 원료는 인듐 대 주석을 3~5 : 1 의 중량비로 포함하는 것을 특징으로 하는 나노와이어 내부에 귀금속을 포함하는 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조방법.

청구항 5

제 1항에 있어서, 상기 단계 3의 열처리는 550 ~ 750 °C 에서 50 ~ 70분 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 나노와이어 내부에 귀금속을 포함하는 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조방법.

청구항 6

제 1항의 방법으로 제조되는 인듐 주석 산화물 나노와이어.

청구항 7

제 6항에 있어서, 와이어의 중심축을 따라 귀금속이 불연속적으로 박힌 구조를 가지는 인듐 주석 산화물 나노와이어.

청구항 8

제 6항의 인듐 주석 산화물 나노와이어를 포함하는 단파장 발광소자.

청구항 9

제 6항의 인듐 주석 산화물 나노와이어를 포함하는 광 스위치.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 귀금속을 포함하는 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조방법 및 이에 의해 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 발광다이오드는 화합물 반도체의 PN 접합 다이오드에 순방향 전류가 흐를 때 빛을 발하는 현상을 이용한 소자로서, P측에 +극, N측에 -극을 접속하면 P측의 정공은 N측에, N측의 전자는 P측으로 이동하여, PN 접합점에서 전자가 정공과 결합하면서 방출하는 에너지를 빛으로 발광하는 원리이다.

[0003] 상기 발광다이오드에 적합한 재료로는 발광파장이 가시영역 또는 근적외영역에 존재하고, 발광효율이 높으며, PN 접합을 제작할 수 있는 재료로, 주로 인화갈륨, 비소화갈륨 및 인화인듐 등의 2원소 또는 3원소 화합물 반도체가 사용된다.

[0004] 또한, 다양한 종류의 나노와이어가 개발됨에 따라서 원하는 특성을 갖는 발광다이오드를 설계할 수 있을 뿐만 아니라, 나노미터 규모의 전자장치 외에 다양한 종류의 3족-5족 및 2족-6족의 반도체-반도체 나노와이어들은 광학적 특성을 나타내는 초소형의 광학장치의 소자로서 이용될 수 있게 되었다.

[0005] 광발광에 의해서 반도체 접합 다이오드로부터 방출되는 빛의 파장은 나노와이어의 물리적 특성을 이용하여 조절될 수 있다. 예를 들면, 직경이 작은 나노와이어로 조립된 발광다이오드의 PN접합으로부터 발광되는 빛의 파장은 상대적으로 직경이 굵은 나노와이어로 조립된 발광다이오드보다 짧다.

[0006] 또한, 나노와이어의 1차원적인 구조는 구성하고 있는 물질의 결정성과 단면적에 의해 전기적 특성 및 광학적 특성을 조절할 수 있어, 종래 전기 전도도와 광학적 투명성이 뛰어나 투명 전극 재료 등에 사용되었던, 주석이 도핑된 인듐 산화물을 박막이 아닌 나노와이어의 형태로 이용하려는 연구가 진행되고 있다.

[0007] 종래 발광다이오드 또는 광소자로 이용될 수 있는 나노와이어의 제조방법으로는 다음과 같은 기술들이 공지되어 있다.

[0008] 대한민국 등록특허 특10-0741243호(등록일:2007.07.12)는 금속 나노닷들을 포함하는 나노와이어 및 그의 제조방법에 관한 것으로, 실리콘기판을 나노와이어의 원료로 공급시키는 용액-액상-고상 합성법을 사용하여, 실리콘기판 위에 금속촉매를 코팅한 후, 반응로에 넣어 불활성 분위기에서 가열하여 제조되는 금속 나노닷들을 포함하는 나노와이어에 관한 것이다 (특허문헌 1). 상기의 방법으로 제조되는 나노와이어는 실리콘이 나노와이어의 원료로 공급됨으로써, 자외선 영역 또는 근 가시광선 영역에서 광특성을 나타내는 데 한계를 가진다.

[0009] 대한민국 공개특허 제10-2009-0026483호(공개일:2009.03.13)은 기상-액상-고상 합성법에서 나노 씨앗 입자의 분무를 이용한 금속 산화물 나노선 합성방법에 관한 것으로, 용액 상태에서 균일한 크기 분포를 갖는 순수한 금속 나노입자를 제조하고, 상기 금속 나노입자를 기판 위에 고르게 분포시킨 후, 기상-액상-고상 합성법을 이용하여 상기 기판 및 나노와이어 원료로부터 금속산화물 나노선을 성장시키는 방법에 관한 것이다 (특허문헌 2). 상기의 제조방법은 금속 씨앗의 분포를 이용하여 일정한 굵기를 갖는 다양한 금속 화합물 나노선 구조체를 성장시킬 수 있는 장점이 있지만, 자외선 영역 또는 나노선 물질 고유의 광특성을 향상시키는데 한계를 가진다.

[0010] 이에, 본 발명자들은 나노와이어의 셀을 구성하는 원료로서 인듐 및 주석의 혼합분말을 기상으로 공급하여 인듐 주석 산화물 나노와이어를 성장시키고, 열처리를 통해 나노와이어의 전기 전도도 및 광학적 투명성을 향상시켜, 자외선 영역에서 강한 빛을 방출할 수 있어, 단파장 발광소자로 콤팩트디스크(CD), 디지털다기능디스크(DVD)의 저장용량을 증대시킬 수 있고, 단파장 발광다이오드(LED)로 백색조명의 구현에 활용될 수 있으며, 광 스위치로도 활용될 수 있음을 알아내고 본 발명을 완성하였다.

선행기술문헌

특허문헌

[0011] (특허문헌 0001) KR 10-0741243 B1 2007.07.12 1쪽, 5-7쪽.
(특허문헌 0002) KR 10-2009-0026483 A 2009.03.13 1,5쪽.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0012] 본 발명의 목적은 나노와이어 내부에 귀금속을 포함하는 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조방법을 제공하는 데 있다.
[0013] 본 발명의 또 다른 목적은 상기 방법으로 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어를 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0014] 상기의 과제를 해결하기 위해, 본 발명은 귀금속 촉매가 코팅된 기판을 불활성 분위기에서 가열하는 단계 (단계 1); 상기 단계 1에서 가열된 기판에 불활성 기체 및 산소 기체가 흐르는 분위기에서 나노와이어의 셀을 구성하는 원료로서 인듐 및 주석의 혼합분말을 포함하는 나노와이어 원료를 기상으로 공급하여 귀금속이 코어를 이루고 인듐 주석 산화물이 셀을 이루는 나노와이어를 형성시키는 단계 (단계 2); 및 상기 단계 2에서 제조된 나노와이어를 불활성 분위기에서 열처리하는 단계 (단계 3);를 포함하는 나노와이어 내부에 귀금속을 포함하는 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조방법을 제공한다.
[0015] 또한, 본 발명은 상기 방법으로 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어를 제공한다.

발명의 효과

[0016] 본 발명에 따른 인듐 주석 산화물 나노와이어는 열처리를 통하여 광특성이 향상되어 자외선 영역에서 강한 빛을 방출할 수 있어, 콤팩트디스크(CD) 및 디지털다기능디스크(DVD)의 저장용량을 증대시킬 수 있는 단파장 발광소자, 백색조명의 구현에 활용될 수 있는 단파장 발광다이오드(LED) 및 광 스위치로도 활용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0017] 도 1은 본 발명에 따른 비교예 1 및 실시예 1 ~ 3에서 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어의 투과전자현미경(TEM)을 통해 얻은 이미지이다.
도 2는 본 발명에 따른 비교예 1에서 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어의 코어 부분(a); 실시예 1에서 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어의 금이 존재하는 부분(b); 비교예 1에서 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어의 회절패턴(c); 및 실시예 1에서 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어의 회절패턴(d)의 투과전자현미경(TEM)을 통해 얻은 이미지이다.

도 3은 본 발명에 따른 실시예 3에서 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어의 성분 분석(a); 및 실시예 3에서 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어의 길이방향으로 분석한 금의 농도(b) 를 나타낸 결과이다.

도 4는 본 발명에 따른 비교예 1 및 실시예 1 ~ 3에서 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어의 파장에 따른 발광도 측정결과이다.

도 5는 본 발명에 따른 비교예 1 및 실시예 1 ~ 3에서 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어의 파장에 따른 흡수도 측정결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0018] 본 발명은 나노와이어 내부에 귀금속을 포함하는 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조방법을 제공한다.

[0019] 나아가, 본 발명은 나노와이어 내부에 귀금속을 포함하는 인듐 주석 산화물 나노와이어를 제공한다.

[0020] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

[0021] 본 발명은 귀금속 촉매가 코팅된 기판을 불활성 분위기에서 가열하는 단계 (단계 1);

[0022] 상기 단계 1에서 가열된 기판에 불활성 기체 및 산소 기체가 흐르는 분위기에서 나노와이어의 셀을 구성하는 원료로서 인듐 및 주석의 혼합분말을 포함하는 나노와이어 원료를 기상으로 공급하여 귀금속이 코어를 이루고 인듐 주석 산화물이 셀을 이루는 나노와이어를 형성시키는 단계 (단계 2); 및

[0023] 상기 단계 2에서 제조된 나노와이어를 불활성 분위기에서 열처리하는 단계 (단계 3); 를 포함하는 나노와이어 내부에 귀금속을 포함하는 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조방법을 제공한다.

[0024] 이하, 본 발명의 제조방법을 각 단계별로 상세히 설명한다.

[0025] 본 발명에 있어서, 단계 1은 귀금속 촉매가 코팅된 기판을 가열하는 단계로서, 귀금속이 코어를 이루고 인듐 주석 산화물이 셀을 이루는 나노와이어를 형성시키고자하는 기판을 준비하는 단계이다.

[0026] 상기 귀금속 촉매가 코팅된 기판은, 귀금속 촉매가 박막형으로 코팅된 실리콘 기판을 사용할 수 있으나, 이에 한정되지는 않으며 유리, 세라믹, 고분자 및 플라스틱과 같은 부도체 기판들을 사용할 수 있다.

[0027] 기판에 코팅된 귀금속 촉매로는 금, 은 및 백금을 사용할 수 있으나, 금을 사용하는 것이 바람직하다.

[0028] 상기 기판을 가열하는 과정은 불활성 분위기에서 수행됨으로써 반응로 내에 포함되어 있는 기상의 불필요한 물질과의 반응을 방지하여, 생성되는 나노와이어의 순도를 높일 수 있다. 불활성 기체로는 헬륨, 아르곤, 네온 및 제논 등을 사용할 수 있다.

[0029] 상기 가열은 800 ~ 1000 °C 에서 실시할 수 있으나, 이에 반드시 한정되는 것은 아니고, 기판상에 코팅된 귀금속 촉매에 따라 당업자가 적절히 선택할 수 있다.

[0030] 기판을 가열하면 귀금속 촉매는 나노클러스터를 형성하게 되며, 이는 나노와이어 성장을 위한 핵으로서 기능하며, 성장하는 나노와이어의 코어 재료가 된다.

[0031] 다만, 가열온도가 800 °C 미만이면 핵 생성 구동력은 커져 나노와이어가 생성될 수 있는 확률을 높일 수

있지만, 나노와이어의 성장속도가 느려지는 문제점이 있고, 1000 ℃ 초과이면 나노와이어의 성장속도는 빠르지만 핵 생성 구동력이 작아 나노와이어가 생성될 수 있는 확률이 낮아지는 문제점이 있을 수 있다.

[0032] 본 발명에 따른 단계 2는 귀금속이 코어를 이루고 인듐 주석 산화물이 셸을 이루는 나노와이어를 형성시키는 단계로서, 상기 단계 1에서 가열된 기판에 불활성 기체 및 산소 기체가 흐르는 분위기에서 나노와이어의 셸을 구성하는 원료로서, 인듐 및 주석의 혼합분말을 기상으로 공급하여 기판에 형성되어 있던 귀금속이 코어를 이루고 인듐 주석 산화물이 셸을 이루는 나노와이어를 형성시킬 수 있다.

[0033] 나노와이어 원료는 나노와이어의 셸에 해당하는 인듐 주석 산화물을 형성할 수 있는 원료로서, 인듐 및 주석의 혼합분말을 포함한다. 이때, 인듐 대 주석 분말의 중량비는 3~5 : 1 이 될 수 있다.

[0034] 상기 나노와이어 원료 혼합비는 원료의 증기압을 조절할 수 있는 중요한 요소가 된다.

[0035] 또한, 상기 나노와이어 원료는 반응성을 높이기 위하여 탄소분말을 더 포함할 수 있다.

[0036] 상기 인듐 및 주석의 혼합분말을 포함하는 나노와이어 원료는 기상으로 공급되며, 상기 분말을 기화시킬 수 있는 온도이면 충분하다.

[0037] 하나의 실시예로서, 인듐 및 주석의 혼합분말을 포함하는 나노와이어 원료는 800 ~ 1000 ℃ 의 온도로 가열되어 공급될 수 있으나, 이에 제한되지 않는다.

[0038] 이때, 상기 나노와이어 원료가 800 ℃ 미만으로 가열될 경우, 나노와이어 원료가 충분히 기화되지 못하는 문제가 있고, 1000 ℃ 초과로 가열될 경우, 나노와이어의 성장에 큰 영향을 미치지 못하는 문제가 있을 수 있다.

[0039] 상기 가열온도는 나노와이어 원료의 증기압 및 분해온도를 고려하여 적절하게 조절될 수 있으며, 나노와이어 원료의 증기압이 낮을수록 나노와이어 원료의 가열온도는 높아질 수 있다.

[0040] 상기 인듐 및 주석의 혼합분말을 포함하는 나노와이어 원료는 불활성 기체와 산소 기체의 혼합기체를 운반기체로 사용하며, 상기의 혼합기체 중 불활성 기체는 90 ~ 100 sccm 의 유량속도로 공급되고 산소 기체는 5 ~ 10 sccm 의 유량속도로 공급될 수 있다.

[0041] 상기 산소 기체는 나노와이어의 셸이 되는 인듐 주석 산화물 생성에 반응물로서의 역할도 동시에 수행한다.

[0042] 또한, 상기 불활성 기체와 산소 기체의 혼합기체는 나노와이어 원료가 목표온도에 도달했을 때 함께 공급되며, 불활성 기체를 90 ~ 100 sccm 으로 공급함으로써, 기화된 나노와이어 원료가 원활하게 이동할 수 있도록 하고, 기화된 나노와이어 원료가 준 평형상태에 도달할 수 있게 함으로써 나노와이어 원료를 안정적으로 공급할 수 있게 된다.

[0043] 나아가, 혼합기체의 유량속도는 성장시키고자 하는 나노와이어의 종류나 공급속도에 따라 달라질 수 있으며, 혼합기체 내 산소 기체의 양을 조절함으로써 산화물 나노와이어의 성장속도를 조절할 수 있다.

[0044] 본 발명에 있어서, 단계 3은 상기 단계 2에서 제조된 나노와이어를 불활성 분위기에서 열처리하는 단계로서, 열처리를 통하여 셸을 구성하는 인듐 주석 산화물의 광특성을 향상시킬 수 있다.

[0045] 상기 단계 3의 열처리를 통하여 나노와이어 내부에 코어로 구성된 귀금속이 불연속적인 형태의 구조를 가진다.

[0046] 나노와이어의 열처리는 550 ~ 750 ℃ 에서 50 ~ 70분 동안 수행할 수 있으나, 열처리 온도 및 시간을 조절하여 나노와이어의 광특성을 조절할 수 있으므로 이에 제한되지 않는다.

- [0047] 또한, 상기 나노와이어의 열처리는 불활성 분위기에서 수행됨으로써 반응로 내에 포함되어 있는 기상에 불필요한 물질과의 반응을 방지하여 생성되는 나노와이어의 부반응을 방지할 수 있다. 불활성 기체로는 헬륨, 아르곤, 네온 및 제논 등을 사용할 수 있다.
- [0048] 본 발명에 따른 상기 단계 3의 열처리를 거쳐서 제조되는 나노와이어는 300 ~ 450 nm의 자외선 영역에서 강한 빛을 방출할 수 있어, 디지털다기능디스크(DVD)의 저장용량을 증대시킬 수 있는 단파장 발광소자, 백색조명의 구현에 활용될 수 있는 단파장 발광다이오드(LED) 및 광 스위치로도 활용될 수 있다.
- [0049] 이하, 본 발명의 실시예를 통해 더욱 상세히 설명한다. 단 하기 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.
- [0050] <실시예 1> 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조 1
- [0051] 단계 1 : 기판을 가열하는 단계
- [0052] 수평로 내에서 아르곤 기체를 100 sccm으로 공급하여 불활성 분위기를 만들고, 금이 4nm 두께로 코팅된 실리콘 기판을 850 ℃ 로 가열시켰다.
- [0053] 단계 2 : 나노와이어를 형성시키는 단계
- [0054] 나노와이어의 셀을 구성하는 원료로서, 인듐 대 주석을 4:1의 중량비로 혼합하여 알루미늄에 넣어 수평로 중앙에 위치시키고, 950 ℃ 로 가열시켰다.
- [0055] 상기 나노와이어 원료의 가열온도가 950 ℃에 도달했을 때, 수평로 한 쪽 끝에서 아르곤 기체와 산소 기체를 각각 95 sccm 및 5 sccm 로 각각 공급시켰다.
- [0056] 이때, 수평로 내의 압력을 1 torr로 35 분간 유지시킨 후, 수평로를 냉각하여 금이 코어이고 인듐 주석 산화물이 셀인 나노와이어를 제조하였다.
- [0057] 단계 3 : 열처리하는 단계
- [0058] 수평로 내에 압력을 1 torr로 유지시킨 후, 아르곤 기체를 100 sccm으로 공급하여 불활성 분위기를 만들고, 상기 단계 2에서 제조된 나노와이어를 750 ℃ 에서 60분 동안 열처리를 하였다.
- [0059] <실시예 2> 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조 2
- [0060] 상기 실시예 1의 단계 3에서 나노와이어를 550 ℃ 로 열처리한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 인듐 주석 산화물 나노와이어를 제조하였다.
- [0061] <실시예 3> 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조 3
- [0062] 상기 실시예 1의 단계 3에서 나노와이어를 650 ℃ 로 열처리한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 인듐 주석 산화물 나노와이어를 제조하였다.
- [0063] <실시예 4> 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조 4
- [0064] 상기 실시예 1의 단계 3에서 나노와이어를 800 ℃ 로 열처리한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 인듐 주석 산화물 나노와이어를 제조하였다.

- [0065] <실시예 5> 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조 5
- [0066] 상기 실시예 1의 단계 1에서 은이 코팅된 기판을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 인듐 주석 산화물 나노와이어를 제조하였다.
- [0067] <실시예 6> 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조 6
- [0068] 상기 실시예 1의 단계 1에서 백금이 코팅된 기판을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 인듐 주석 산화물 나노와이어를 제조하였다.
- [0069] <비교예 1> 열처리과정을 생략한 인듐 주석 산화물 나노와이어의 제조
- [0070] 상기 실시예 1의 단계 3을 생략한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 인듐 주석 산화물 나노와이어를 제조하였다.
- [0071] 분석
- [0072] 1. 인듐 주석 산화물 나노와이어의 구조 분석 1
- [0073] 본 발명에 따른 비교예 1, 실시예 1 ~ 3에서 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어의 구조를 투과전자현미경(JEOL, JEM2100F)으로 가속전압 200 kV 에서 15000 배의 배율로 0.7초 노출하여 관찰하고, 그 결과를 도 1에 나타내었다.
- [0074] 도 1을 참조하면, 나노와이어의 열처리 온도를 높일수록, 나노와이어 내부에 코어로 구성된 금이 점차 불연속적으로 끊어지는 형태를 보이므로, 나노와이어 내부에 코어로 구성된 금은 열처리 온도에 의존한다는 것을 알 수 있다.
- [0075] 상세히 말하면, 실린더 모양의 나노와이어는 모세관 현상 또는 표면장력에 의해 불안정해져, 열처리 온도가 높아지게 되면 나노와이어 내부에 금은 인듐 주석 산화물의 불순물로서 분해되어, 연속적인 코어 형태에서 점차 끊어지게 되어 750 °C 에서는 닷(dot)형태로 존재하게 된다 (도 1(a):비교예 1, 도 1(b):실시예 2, 도 1(c):실시예 3, 도 1(d):실시예 1).
- [0076] 2. 인듐 주석 산화물 나노와이어의 구조 분석 2
- [0077] 본 발명에 따른 실시예 1에서 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어의 구조를 투과전자현미경(JEOL, JEM2100F)으로 가속전압 200 kV 에서 6×10^5 배의 배율로 0.5초 노출하여 관찰하고, 그 결과를 도 2(a)에 나타내었다. 또한, 도 2(b) ~ 도 2(d)의 촬영조건은 표 1에 나타내었다.

표 1

	가속전압	배율	노출시간
도 2(b)	200 kV	4×10^5 배	0.7초
도 2(c)	200 kV	250 배	0.3초
도 2(d)	200 kV	250 배	0.3초

- [0078]
- [0079] 도 2를 참조하면, 도 2(a)는 생성된 인듐 주석 산화물의 두 면간 간격은 체심입방체인 인듐 산화물 (200)면에서

0.50 nm 이고, 도 2(b)는 면심 입방체인 금 (111)면에서 0.23 nm 인 것을 알 수 있다.

[0080] 또한, 도 2(c)는 상기 부분에서 인듐 주석 산화물 나노와이어에 해당하는 회절패턴은 면간거리와 직각 관계를 이룬다. 이때, 정대축 방향은 인듐 산화물에 [001] 방향이다. 상기에서 강한 점으로 표시된 것은 단결정인 체심 입방체 구조인 인듐 산화물의 (200)면과 (020)면에 해당한다.

[0081] 나아가, 도 2(d)에서 약한 점으로 표시된 것은 금에 해당되는 면이다. 열처리된 나노와이어의 변형은 열처리하지 않은 나노와이어의 회절패턴의 결합길이를 비교함으로써 알 수 있으므로, 도 2(c) 및 도 2(d)를 참조하면, 열처리 전과 후의 나노와이어는 회절패턴 결합길이의 차이가 거의 없어 열처리로 인한 금과 나노와이어 사이의 변형은 거의 일어나지 않는다고 판단할 수 있다 (도 2(a):비교예 1, 도 2(b):실시예 1, 도 2(c):비교예 1, 도 2(d):실시예 1).

[0082] 3. 인듐 주석 산화물 나노와이어의 성분 분석

[0083] 본 발명에 따른 실시예 3에서 제조된 인듐 주석 산화물 나노와이어의 성분을 에너지분산형분석기(EDS)(Oxford, INCA Energy)로 측정하고, 그 결과를 도 3에 나타내었다.

[0084] 도 3을 참조하면, 도 3(a)와 도 3(b)에서는 나노와이어의 코어 부분에서 대부분 금이 검출된 것을 확인할 수 있었고, 셸 부분에서는 인듐, 주석, 산소가 검출된 것을 확인할 수 있었다 (도 3:실시예 3).

[0085] <실험예 1> 인듐 주석 산화물 나노와이어의 광발광 특성 분석

[0086] 본 발명의 단계 3에서 열처리 온도에 따라 제조된 인듐 주석 산화물의 광발광 특성을 분석하기 위해서 광발광측정시스템(Photoluminescence Mapping & Measurement system)(Maple II, DONGWOO OPTRON)로 측정하고, 그 결과를 도 4에 나타내었다.

[0087] 도 4를 참조하면, 열처리를 하지 않은 인듐 주석 산화물 나노와이어는 610 nm 에서 넓은 피크를 나타내지만, 430 nm 에서는 어떠한 피크도 발견되지 않았다.

[0088] 또한, 열처리한 인듐 주석 산화물 나노와이어는 380 nm 에서 광발광 특성이 나타났으며, 750 °C 에서 열처리한 인듐 주석 산화물 나노와이어는 550 °C 에서 열처리한 나노와이어보다 약 20배 정도의 광발광 특성이 향상됨을 보였다.

[0089] 이를 통하여, 나노와이어의 열처리 온도를 증가시키면 자외선 영역인 430 nm 에서 광발광 특성이 증가함을 알 수 있었다. 상세히 말하면, 750 °C에서 열처리한 인듐 주석 산화물 나노와이어는 내부에 금이 닷(dot)형태로 존재하게 된다. 상기 구형의 금 나노입자는 플라즈몬 공명이 530 nm 에서 발생하고, 2차 공명은 265 nm 에서 발생되는데, 이러한 공명의 효과는 펄스 초로 매우 짧은 시간에 일어나므로 본 발명의 열처리를 통한 나노와이어의 광특성 향상은 금의 형태나 분산에 의한 효과가 아니라는 것을 알 수 있었다 (도 4 : 비교예 1, 실시예 1 ~ 3).

[0090] <실험예 2> 인듐 주석 산화물 나노와이어의 흡수율 분석

[0091] 본 발명의 단계 3에서 열처리 온도에 따라 제조된 인듐 주석 산화물의 흡수도를 분석하기 위해서 UV-Vis 분광분석기(UV-Visible Spectrophotometer, UV-2450, SHIMADZU)로 측정하고, 그 결과를 도 5에 나타내었다.

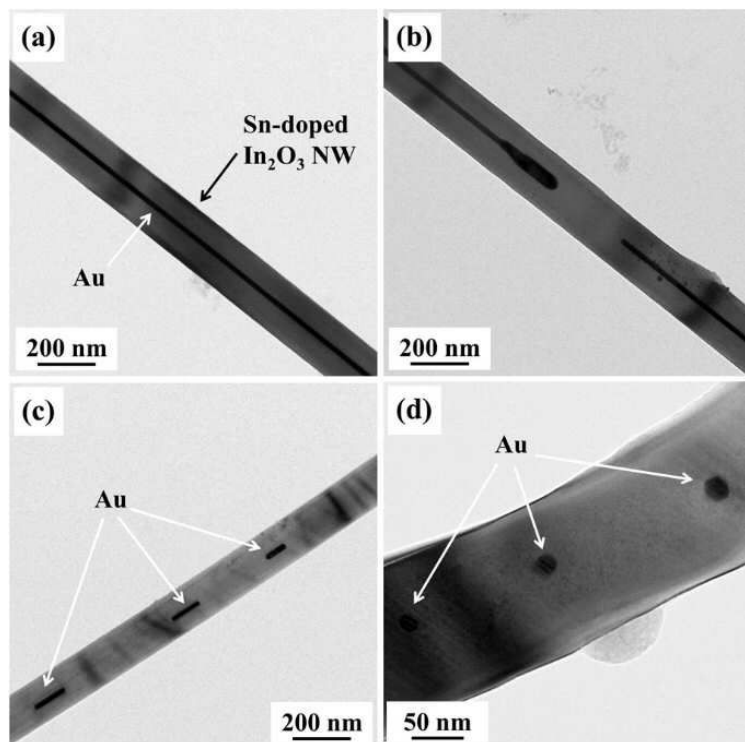
[0092] 도 5를 참조하면, 각각 다른 온도에서 열처리한 나노와이어들의 가장 강한 흡수율은 모두 300 nm 에서 측정된 것을 확인할 수 있었다.

[0093] 이를 통하여, 나노와이어의 광발광 특성의 향상은 금이 아닌 인듐 주석 산화물에 의한 것이라는 것을 알 수 있었다. 상세히 말하면, 400 nm부근의 자외선 영역에서 나노와이어의 광발광 특성은 인듐 주석 산화물 나노와이어의 밴드갭 천이에 의한 것이라고 판단된다.

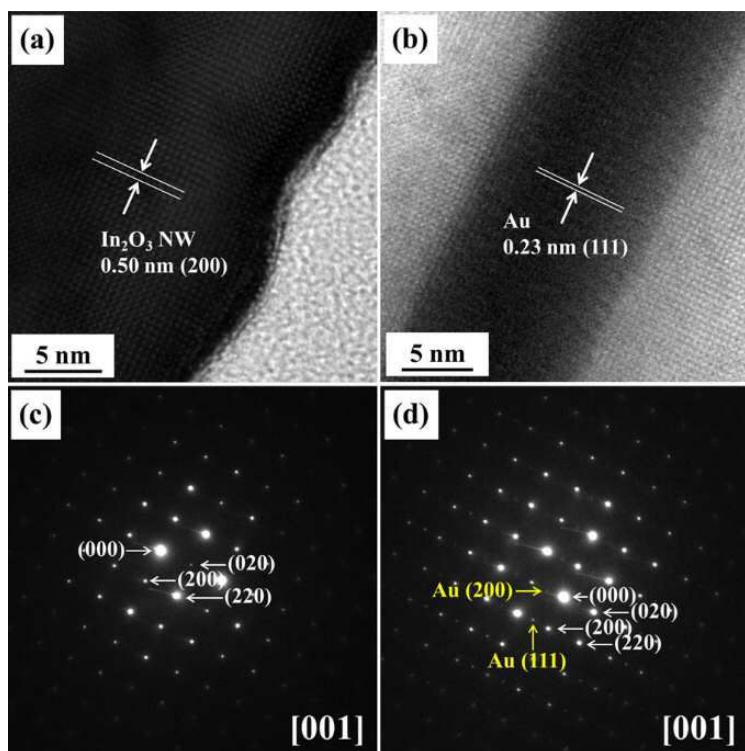
[0094] 상기 광발광 특성은 와이어의 결정질에 영향을 받으므로, 본 발명의 인듐 주석 산화물 나노와이어는 열처리를 통해 결정성이 향상되며, 상기 나노와이어의 결정성 향상에 의해 나노와이어의 광발광 특성을 증대시킬 수 있음을 확인할 수 있었다. 이러한 인듐 주석 산화물 나노와이어의 광발광 특성은 나노스케일의 광소자와 광전자적인 소자 및 광회로 등의 응용에 널리 이용될 것이라고 기대할 수 있다(도 5 : 비교예 1, 실시예 1 ~ 3).

도면

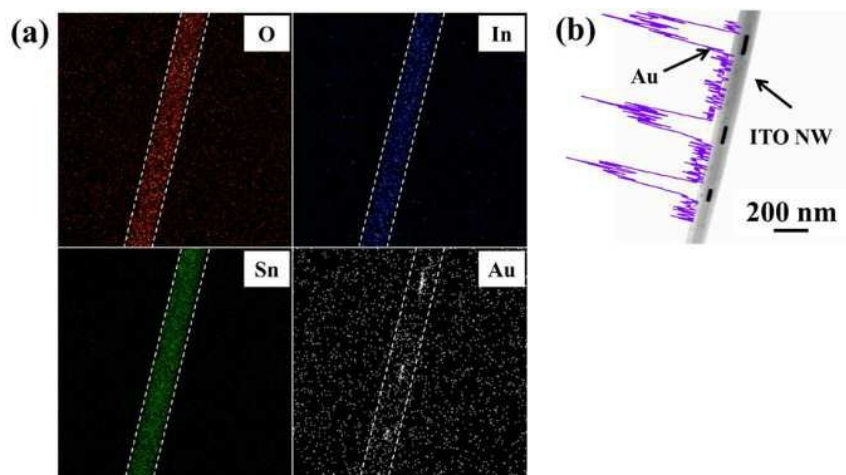
도면1



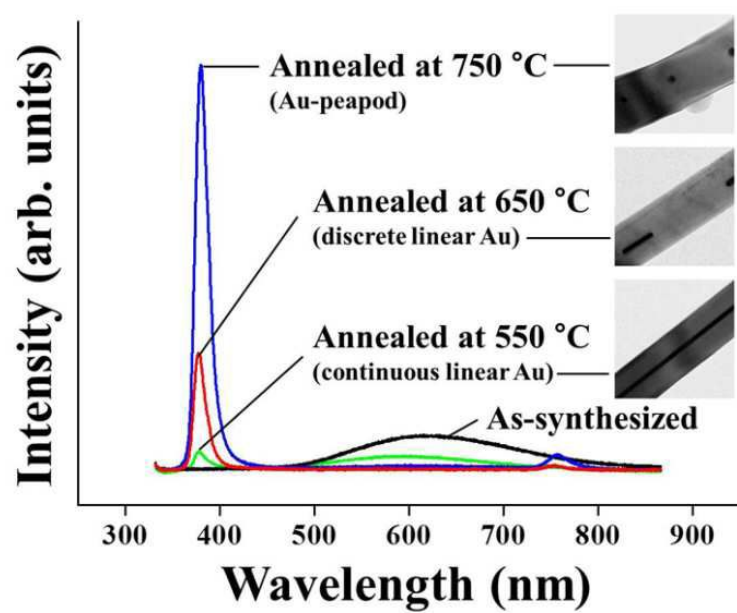
도면2



도면3



도면4



도면5

