

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2012-0029641 (43) 공개일자 2012년03월27일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) B82B 3/00 (2006.01) C01F 5/00 (2006.01)		(71) 출원인 인하대학교 산학협력단 인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(21) 출원번호 10-2010-0091562 (22) 출원일자 2010년09월17일 심사청구일자 2010년09월17일		(72) 발명자 이종무 경기도 고양시 일산동구 산두로 128, 건영빌라 912-303 (정발산동, 밤가시마을) 진창현 인천광역시 남구 인주대로224번길 18, 402호 (용현동, 인하오피스텔) (뒷면에 계속)
		(74) 대리인 이원희

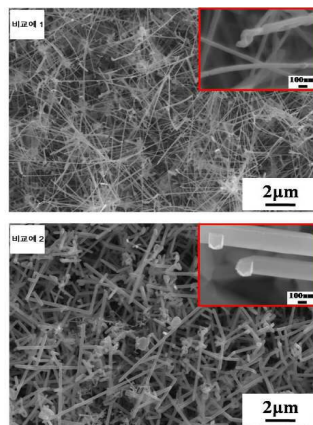
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 제조방법 및 이에 의하여 제조되는 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드

(57) 요약

본 발명은 오염 및 산화방지와 형광특성 향상을 위한 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 제조방법 및 이에 의하여 제조되는 산화마그네슘 나노로드에 관한 것으로, 더욱 구체적으로는 질화마그네슘(Mg_3N_2) 분말을 열기화시켜 산화마그네슘 나노로드를 형성하는 단계(단계 1); 상기 단계 1에서 형성된 산화마그네슘(MgO)나노로드에 산화주석(SnO_2)을 코팅하는 단계(단계 2); 상기 단계 2에 의하여 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 환원성 분위기에서 열처리하는 단계(단계 3)를 포함하는 것을 특징으로 하는 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 제조방법 및 이에 의하여 제조되는 산화마그네슘 나노로드를 제공함으로써, 향상된 발광특성을 나타내며, 수명과 신뢰성을 개선함으로써 산화마그네슘 나노로드를 이용하여 우수한 광전자 소자 또는 전자소자를 제작할 수 있는 효과가 있다.

대표도 - 도3



(72) 발명자

김현수

경기도 남양주시 진접읍 장현2리 698번지
고려주택302호

백경준

경기도 고양시 일산동구 강촌로26번길 15-8, 101호
(백석동)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 41797-1

부처명 교육과학기술부

연구사업명 도약연구지원사업

연구과제명 나노다공성 실리콘 기반 차세대 암진단 및 치료기술

주관기관 인하대학교 산학협력단

연구기간 2010.07.01 ~ 2011.06.30

특허청구의 범위

청구항 1

질화마그네슘(Mg_3N_2) 분말을 열 기화시켜 산화마그네슘 나노로드를 형성하는 단계(단계 1);

상기 단계 1에서 형성된 산화마그네슘(MgO) 나노로드에 산화주석(SnO_2)을 코팅하는 단계(단계 2); 및

상기 단계 2에 의하여 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 환원성 분위기에서 열처리하는 단계(단계 3)를 포함하는 것을 특징으로 하는 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서, 상기 단계 1의 산화마그네슘의 열 기화는 금(Au) 박막을 촉매로 사용하여 수행되는 것을 특징으로 하는 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 제조방법.

청구항 3

제 1항에 있어서, 상기 단계 2의 산화주석 코팅은 졸-겔법, 가열법, 용액을 사용하는 방법, 화학기상증착법, 원자층 증착법 및 스퍼터링 법으로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나의 방법에 의하여 수행되는 것을 특징으로 하는 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 제조방법.

청구항 4

제 1항에 있어서, 상기 단계 3의 열처리는 400 내지 700 $^{\circ}C$ 의 온도범위에서 수행되는 것을 특징으로 하는 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 제조방법.

청구항 5

제 1항에 있어서, 상기 단계 3의 환원성 분위기는 N_2 /3 mol% H_2 인 혼합가스에 의해 조성되는 것을 특징으로 하는 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 제조방법.

청구항 6

제 1항의 방법에 의해 제조되는 것을 특징으로 하는 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드.

청구항 7

제 6항에 있어서, 상기 산화마그네슘 나노로드에 코팅된 산화주석 막의 두께는 2 내지 10 nm인 것을 특징으로 하는 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드.

명세서

기술 분야

본 발명은 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 제조방법 및 이에 의하여 제조되는 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드에 관한 것이다.

[0001]

배경 기술

- [0002] 최근 탄소나노튜브(Carbon Nanotubes; CNT), 산화물 나노튜브(Oxide Nanotubes), 나노막대(Nanorods), 나노선(Nanowires), 나노시트(Nanosheets), 나노리본(Nanoribbons) 또는 나노 두께의 중공 입자(Hollow sphere) 등 다양한 형태의 저차원 나노 구조체를 이용한 소자에 대한 연구가 활발하게 진행되고 있다. 이런 나노 구조체는 물리적, 화학적 등의 우수한 특성뿐만 아니라, 나노 구조를 갖는 그 자체로 나노 소자를 구성하는데 유용한 기본 단위가 되면서, 동시에 나노 재료가 갖는 다양한 효과를 구현할 수 있다는 점에서 큰 주목을 받고 있다.
- [0003] 이러한 나노 구조체들은 레이저 어블레이션(laser ablation), 스퍼터링(sputtering), 화학기상증착(chemical vapor deposition) 또는 졸-겔(sol-gel)법 등에 의하여 합성된다. 또한 나노 구조체에 불순물 첨가하거나, 이중 구조 또는 코어-셸 구조 등으로 합성하여 소자로써의 그 특성을 향상시킬 수 있다. 아울러, 나노 구조체를 이용한 전계효과 트랜지스터(FET), 레이저(laser), 화학센서(chemical sensor) 및 바이오센서(bio sensor) 등을 형성하는 나노 소자에 대한 연구가 진행되고 있다.
- [0004] 산화마그네슘은 종래부터 고내열성, 투광성, 전기절연성 등의 특성으로 인하여 내열 구조용 재료, 방열 재료, 광투과 재료, 절연 재료 등으로 폭넓게 적용되고 있다. 최근에는 플라즈마디스플레이패널(PDP)의 유전체 보호막 재료로 사용되어 유전체의 수명을 향상시키고, 이차전자방출 특성이 탁월하여 방전전압과 소비전력을 낮추고 형광체의 발광효율과 수명을 향상시키는데 큰 역할을 하고 있다. 이와 같이 PDP의 핵심재료로 인식되고 있는 유전체 보호막은 일반적으로 산화마그네슘 펠렛(소결체, 타겟)을 유전체상에 스퍼터링이나 이-빔 법으로 증착시켜 적용되고 있다. 이러한 산화마그네슘 타겟을 제조하는 방법으로는 산화마그네슘 분말을 고온에서 소결시켜 치밀한 소결체로 만드는 방법과 산화마그네슘 단결정을 육성시킨 후 분쇄하여 일정크기의 타겟으로 만드는 방법이 있으며, PDP 보호막용 재료로는 산화마그네슘 분말을 원료로 제조된 다결정 산화마그네슘 소결체가 특성이 우수한 것으로 보고되고 있다.
- [0005] 기존의 시판 중인 산화마그네슘 나노입자는 일반적으로 마그네슘 알콕시드의 가수분해 및 중축합(polycondensation) 과정을 이용한 졸-겔(sol-gel) 방법에 의해 제조되는데, 이와 같이 제조되는 산화마그네슘 나노입자는 약 10 ppmw 정도의 전이원소인 Mn^{3+} 이온을 함유하지만 광발광 현상이 나타나지 않았으며, 벌크 상태의 산화마그네슘의 경우 단 1개의 ZPL(zero phonon line) 발광 피크만이 관찰되었다. 하지만, 상기 물질을 공기 중에서 연소시키는 열처리공정을 추가하여 여기상태가 지속적이면서, 2개의 예리한 ZPL 발광 피크를 나타내는 특성을 갖는 산화마그네슘 나노입자의 제조방법을 개발하였다[대한민국 공개특허 10-2005-0090539].
- [0006] 최근 졸-겔 템플릿법, 열기화법, 펄스 레이저 증착법 등의 다양한 기술을 이용하여 1차원 구조를 지닌 산화마그네슘의 1차원 나노구조체(나노로드, 나노벨트, 나노리본, 나노니들 등)를 제조하기 위한 기술들이 연구되어왔다. 하지만 상기의 방법으로 제조된 나노구조체들은 보호막이 없어 수명이 짧고, 오염에 취약하였으며 표면에 산화가 일어나는 단점이 있다. 이에 본 발명자들은 산화마그네슘 나노로드에 보호층을 입힌 다음 열처리함으로써 오염과 산화를 방지하며 형광특성이 향상된 것을 확인하고 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0007] 본 발명의 목적은 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 제조방법을 제공하는 것이다.
- [0008] 본 발명의 다른 목적은 상기 제조방법에 의하여 제조되는 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0009] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 질화마그네슘(Mg_3N_2) 분말을 열 기화시켜 산화마그네슘 나노로드를 형성하는 단계(단계 1); 상기 단계 1에서 형성된 산화마그네슘 나노로드에 산화주석(SnO_2)을 코팅하는 단계(단계

2); 및 상기 단계 2에 의하여 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 환원성 분위기에서 열처리하는 단계(단계 3)를 포함하는 것을 특징으로 하는 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 제조방법을 제공한다.

[0010] 또한, 본 발명은 상기 제조방법에 의하여 제조되는 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 제공한다.

발명의 효과

[0011] 본 발명에 따라 제조된 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드는 기존의 산화마그네슘 나노로드보다 향상된 발광특성을 나타내며, 제품의 신뢰성과 수명을 개선함으로써 상기 나노로드를 이용하여 전자소자 및 광전자 소자를 제작할 경우 우수한 성능 및 수명이 긴 소자를 제작할 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0012] 도 1은 산화마그네슘 나노로드를 합성하기 위한 수평튜브 가열로이고,
 도 2는 산화주석을 합성하기 위한 원자층 증착 장비 모식도이고,
 도 3은 본 발명에 따른 산화마그네슘 나노로드의 SEM 사진이고,
 도 4는 본 발명에 따른 산화마그네슘 나노로드의 TEM 사진이고,
 도 5는 합성된 산화마그네슘 나노로드의 X-선 회절분석 그래프이고,
 도 6은 본 발명에 따른 산화마그네슘 나노로드의 HR-TEM 사진이고,
 도 7은 본 발명에 따른 산화마그네슘 나노로드의 전자회절 분석사진이고,
 도 8은 본 발명에 따른 산화마그네슘 나노로드의 에너지 분산 엑스선의 농도 프로파일이고,
 도 9는 합성된 산화마그네슘 나노로드의 발광분광법 분석그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0013] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

[0014] 본 발명은,

[0015] 질화마그네슘(Mg_3N_2) 분말을 열 기화시켜 산화마그네슘 나노로드를 형성하는 단계(단계 1);

[0016] 상기 단계 1에서 형성된 산화마그네슘 나노로드에 산화주석(SnO_2)을 코팅하는 단계(단계 2); 및

[0017] 상기 단계 2에 의하여 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 환원성 분위기에서 열처리하는 단계(단계 3)를 포함하는 것을 특징으로 하는 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 제조방법을 제공한다.

[0018] 이하, 본 발명을 각 단계별로 상세히 설명한다.

[0019] 본 발명에 따른 단계 1은 질화마그네슘 분말을 열 기화시켜 산화마그네슘 나노로드를 형성하는 단계로 수평튜브 가열로를 사용한다. 수평튜브 가열로를 도 1에 도시하였으며, 이를 토대로 구체적으로 설명한다. 퀴츠튜브(2) 중앙부에 질화마그네슘 분말(5)이 들어있는 알루미늄 보트(3)를 넣고 그 위에 금(Au)이 코팅된 면이 아래로 향하게 실리콘(Si)(4) 기판을 위치시킨다. 수평튜브 가열로 내부의 가스유량은 질소(N_2) 300 sccm(standard cubic centimeter per minute), 산소(O_2) 10 sccm으로 설정하고, 압력은 1 Torr 및 수평가열로(1) 구역의 온도는 800~1000 °C로 유지한다. 열기화공정을 2시간 동안 수행한 후 상온으로 냉각하는 방법으로 산화마그네슘 나노로드를 제조한다.

- [0020] 상기 단계 1에서 산화마그네슘 나노로드는 VLS(vapor-liquid-solid) 또는 VS(vapor-solid) 성장 메커니즘에 의하여 형성된다. 먼저, VLS 성장 메커니즘이란 반응로에 촉매 물질인 금 박막 및 질화마그네슘을 넣고 고온으로 올리면, 질화마그네슘이 가스 상으로 변환되어 금 박막 표면에 가스가 들러붙게 되고 용융점 이상에서 금-마그네슘 혼합용액 방울이 형성된 뒤, 과공급되는 가스에 의하여 고체-액체 경계로 부터 한 방향으로 나노선이 자라나게 된다. 과공급 되는 반응가스에 의하여 고체-액체 경계에서 대칭성이 깨지는 것이 VLS 합성 기법에서 1차원 나노 결정형성에 중요한 단계라 할 수 있다. 또한 촉매와 반응가스의 혼합용액 비말(droplet)은 나노선 합성시 일종의 템플릿으로 작용한다고 할 수 있으므로 촉매 입자의 크기를 조절함에 따라 합성되는 나노선의 직경을 제어할 수 있다. 나노선의 길이는 반응시간에 비례하므로 나노선 길이 역시 제어가 가능하다.
- [0021] 한편, VS 메커니즘이란 나노선 합성 시 특정한 결정면에만 반응 가스의 결합이 발생하거나 혹은 특정한 결정면 방향으로의 반응성 증가를 초래하여 한 방향으로만 나노선이 성장한다는 것이 이방성 성장 메커니즘(anisotropic growth mechanism)의 주내용이다. 차이결함 유도 성장 모델(different defect-induced growth model)은 특정한 결함(defect)에 반응가스들이 더 잘 결합하여 한 방향으로의 성장이 야기되는 것이다. 이러한 VS 성장 메커니즘이 모든 경우에 대하여 명확하게 설명되지는 않지만 다양한 형태의 나노구조체(나노리본, 테트라포드, 빗모양 구조)를 형성하는 데에 유용한 기법이다.
- [0022] 상기 단계 1의 1차원 구조 산화마그네슘 나노구조체는 질화마그네슘을 전구체로 이용하여 VLS 또는 VS 성장 메커니즘으로 제조할 수 있다.
- [0023] 질화마그네슘과 산소가 직접적으로 반응하면 산화마그네슘을 얻을 수 있다.
- [0024] (반응 1) $2\text{Mg}_3\text{N}_2(\text{s}) + 3\text{O}_2(\text{g}) \rightarrow 6\text{MgO}(\text{s}) + 2\text{N}_2(\text{g})$
- [0025] 그렇지 않으면, 분해 온도가 800 °C인 질화마그네슘은 900 °C의 기판온도에서 마그네슘 증기로 분해된다.
- [0026] (반응 2) $\text{Mg}_3\text{N}_2(\text{s}) \rightarrow 3\text{Mg}(\text{g}) + \text{N}_2(\text{g})$
- [0027] (반응 3) $\text{Mg}(\text{s}) + \text{O}_2(\text{g}) \rightarrow 2\text{MgO}(\text{s})$
- [0028] 분해된 마그네슘 증기는 산소 기체와 반응하여 산화마그네슘을 나노로드를 형성하게 되고, 상기 반응 3은 산화마그네슘의 생성과 분해가 동시에 이루어지는 반응이다.
- [0029] 실제로 질화마그네슘 전구체로부터 산화마그네슘을 형성하는 것은 산화마그네슘 층으로 반응 2 및 3을 통하여 알루미늄 보트 표면에 형성되는 것으로 판단할 수 있으며, 이것은 반응 2 및 3의 반응온도가 반응 1보다는 낮으므로 산화마그네슘 나노로드가 반응 1에 의하여 산화마그네슘 층의 핵으로 성장된다.
- [0030] 상기 단계 1에서 열기화공정은 금(Au) 박막을 촉매로 사용하는 것이 바람직하다. 이때 상기 금 박막은 Si 기판에 RF 마그네트론 스퍼터에 의하여 3nm 두께로 증착된 것으로, 촉매로 사용한 금 박막으로부터 산화마그네슘 나노로드로 Au^+ 이온이 확산해 들어간다. 산화마그네슘 나노로드의 형광특성에 있어서 파란색 광이 향상되는 것은 산화주석의 코팅으로 인하여 산화주석의 표면 상태의 밀도가 감소하였기 때문이다. 그러므로 산화마그네슘 나노로드를 LED, PDP와 같은 디스플레이의 형광재료로 사용하는 것이 가능한 것이다.
- [0031] 본 발명에 따른 단계 2는 상기 단계 1에서 형성된 산화마그네슘 나노로드에 산화주석을 코팅하는 단계이다. 졸-겔법, 가열법, 용액을 사용하는 방법, 화학기상증착법, 원자층 증착법 및 스퍼터링법 등을 사용하는 것이 바람직하고, 원자층 증착법을 사용하는 것이 더욱 바람직하다. 원자층 증착법을 사용하여 산화주석 코팅을 할 경우 산화마그네슘 나노로드 표면에 산화주석을 고르게 코팅할 수 있으면서도 할 수 있다는 장점이 있다.
- [0032] 상기 원자층 증착(atomic layer deposition, ALD) 기술은 기판 표면에서의 화학적 흡착(chemisorption)과 탈착(desorption)의 과정으로 구성되는 반응을 이용하여 단일 원자층의 두께를 제어할 수 있는 증착 방법이다. ALD

는 화학적 반응측면에서 기존의 CVD(chemical vapor deposition)와 유사하다. 하지만 두 가지 이상의 반응기체를 반응기에 혼합시켜서 온도 및 압력의 조건하의 기상에서 반응이 일어나거나 혹은 기질 표면에서 반응이 일어나는 CVD와는 달리, ALD 반응이 일어나는 동안 전구체 재료가 순차적으로 반응기에 투입되어 한 번에 단 한 가지 반응 기체를 주입하고 비활성 가스를 통하여 반응 이후 남은 전구체를 제거하는 과정의 반복으로 구성된다.

[0033] 본 발명에 따른 단계 3은 상기 단계 2에 의하여 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 환원성 분위기에서 열처리를 하는 단계로, 상기 열처리를 통하여 산화마그네슘 나노로드의 발광특성을 향상시킬 수 있다. 상기 열처리는 환원성 분위기인 N_2 /3 mol% H_2 의 혼합가스에 의해 조성되는 분위기이며, 400~700 °C의 온도에서 수행되는 것이 바람직하다. 상기 열처리의 온도가 400 °C 미만인 경우 발광특성의 향상 정도가 떨어지는 경향이 있으며, 700 °C를 초과하면 산화주석 막에 균열이 발생할 수 있다는 단점이 있다.

[0034] 또한, 본 발명은

[0035] 상기 방법에 따라 제조된 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 제공한다. 상기 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드는 표면에 산화주석 막이 코팅되어 오염 또는 자연 산화막이 형성되는 것을 방지하여 수명을 연장하고 신뢰성을 향상시키는 효과를 가진다. 또한 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드는 N_2 /3 mol% H_2 인 환원성 분위기에서 열처리되어 향상된 발광특성을 나타낸다. 그러므로 상기 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 광전자소자 및 전자소자에 적용할 경우, 수명 및 성능 면에 있어서 기존보다 향상된 효과를 갖는 광전자소자 및 전자소자를 제작할 수 있다.

[0036] 본 발명에 따른 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드에 코팅되는 산화주석의 두께는 2~10 nm인 것이 바람직하며, 산화주석은 산화마그네슘 나노로드 전체에 고르게 코팅되어 내부의 산화마그네슘 나노로드를 보호하게 된다. 상기 산화주석 막의 두께가 2 nm 미만인 경우 국부적으로 막이 코팅되지 못하는 문제점이 있으며, 10 nm를 초과하는 경우는 막에 의하여 빛이 흡수되어 나노로드의 발광강도가 떨어지는 문제점이 있다.

[0037] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 상세히 설명한다. 단, 하기의 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기의 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0038] <실시예 1> 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 제조 I

[0039] 단계 1. 산화마그네슘 나노로드 제조 단계

[0040] 수평 튜브 가열로에 질화마그네슘 분말 50 g이 들어있는 알루미늄 보트를 넣고, 그 위에 3 nm 두께의 금 박막이 증착된 Si 기판을 올려놓는다. 가열로의 온도는 900 °C를 유지시켰으며, 수평튜브 가열로 내부는 질소가스 300 sccm 및 산소가스 10 sccm을 동시에 넣어주면서 1 torr의 압력으로 유지시켜주었다. 상기의 열 기화를 1시간 동안 진행한 후 상온으로 냉각시켜 산화마그네슘 나노로드를 제조하였다.

[0041] 단계 2. 산화주석을 코팅하는 단계

[0042] 상기 단계 1에서 제조된 산화마그네슘 나노로드에 도 2에 나타난 원자층 증착기를 주석 전소체($SnCl_4$)와 산소 전소체(H_2O)를 2초마다 교대로 주입하고, 챔버 내 온도를 350 °C, 챔버 내 압력은 0.1 torr의 수준으로 처리하였으며 100 sccm으로 질소를 공급하였다. 상기의 증착공정을 1200 사이클로 수행하여 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 제조하였다.

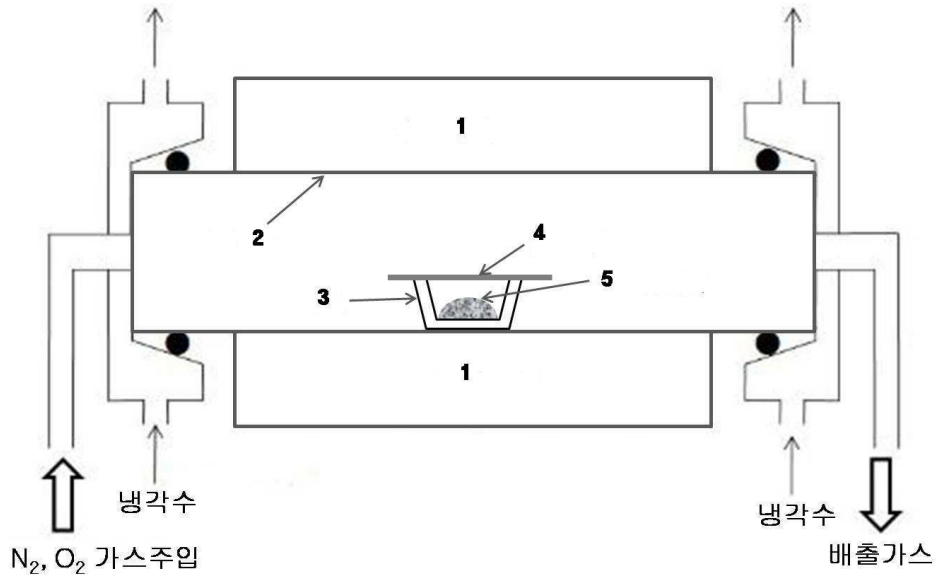
[0043] 단계 3. 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 열처리하는 단계

- [0044] 상기 단계 2에서 제조된 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 650 °C에서 N_2 / 3 mol% H_2 의 환원성 분위기로 30분간 열처리하여 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 제조하였다.
- [0045] <비교예 1> 산화마그네슘 나노로드의 제조
- [0046] 상기 실시예 1의 단계 1만을 동일하게 수행하여 산화마그네슘 나노로드를 제조하였다.
- [0047] <비교예 2> 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 제조 II
- [0048] 상기 실시예 1의 단계 1 및 2만을 동일하게 수행하여 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 제조하였다.
- [0049] <비교예 3> 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 제조 III
- [0050] 상기 실시예 1의 단계 3에서 환원성 분위기 대신 아르곤 분위기에서 열처리 한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 제조하였다.
- [0051] <비교예 4> 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 제조 IV
- [0052] 상기 실시예 1의 단계 3에서 환원성 분위기 대신 산소 분위기에서 열처리 한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 산화주석이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 제조하였다.
- [0053] <실험예 1> 주사전자현미경(SEM)을 이용한 형태 분석
- [0054] 산화아연막이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 형태를 분석하기 위하여 상기 실시예 1에서 제조된 산화아연이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 SEM을 이용하여 분석하였으며, 그 결과를 도 3에 나타내었다.
- [0055] 도 3에 나타난 바에 따르면, 비교예 1 및 2는 900 °C에서 열기화법으로 제조된 산화마그네슘 나노로드 및 상기 산화마그네슘 나노로드에 ALD를 이용하여 산화주석을 코팅한 산화마그네슘 나노로드의 SEM(FESEM, field emission scanning electron microscopy) 사진으로, 나노로드 끝의 입자는 VLS 메카니즘에 의하여 성장하여 형성된 나노로드임을 보여준다. 통계적으로 산화마그네슘 나노로드의 직경은 100 ~ 180 nm 이었다.
- [0056] <실험예 2> 투과전자현미경(TEM)을 이용한 상태 분석
- [0057] 산화주석막이 코팅된 산화마그네슘 나노로드의 상태를 분석하기 위하여 상기 실시예 1에서 제조된 산화아연이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 TEM을 이용하여 분석하였으며, 그 결과를 도 4에 나타내었다.
- [0058] 도 4에 나타난 바에 따르면, 산화주석막이 코팅된 산화마그네슘의 저배율 TEM 사진은 등축의 나노로드로써 한쪽에 산화마그네슘이 위치하고 바깥쪽에 2 ~ 10 nm 두께로 산화주석막이 고르게 코팅되어 있음을 알 수 있다.
- [0059] <실험예 3> X-선 회절 분석을 통한 결정구조 확인
- [0060] 열처리로 인한 결정구조의 변화를 확인하기 위하여 상기 비교예 2 및 실시예 1에서 제조된 산화아연이 코팅된 산화마그네슘 나노로드에 대하여 X-선 회절(XRD) 분석을 수행하였다. XRD 장비는 Rigaku DMAX 2500이고, 입사각 0.5° 의 Cu-K α 선을 이용하였으며, 그 결과를 도 5에 나타내었다.
- [0061] 도 5에 나타난 바에 따르면, 산화주석 막이 코팅된 산화마그네슘 나노로드는 아르곤 분위기에서 열처리됨으로써 변화가 발생한다. 열처리 전의 스펙트럼에서는 금과 관련한 피크를 제외한 피크는 산화마그네슘의 피크로서 큐빅구조(fcc, faced-centered cubic) 구조임을 알 수 있다. 또한 열처리 후의 스펙트럼에서는 열처리 전에 없었던 SnO_2 의 정방정계 결정을 나타내는 피크가 나타났다. 따라서 도 5를 통하여 산화주석막이 코팅된 산화마그네슘

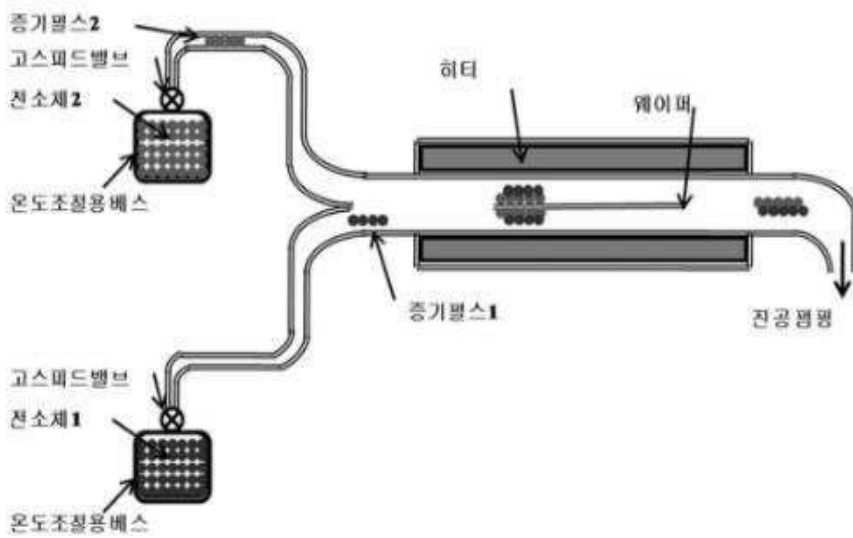
산화주석 막이 코팅된 산화주석 나노로드의 내부 및 표면형태를 분석하기 위하여 상기 실시예 1에서 제조된 산화아연이 코팅된 산화마그네슘 나노로드를 고분해능투과전자현미경(HR-TEM)을 이용하여 내부 및 표면의 형태를 도 3의 흰색의 사각형 부분에 대하여 관찰하고, 그 결과를 도 6에 나타내었다.

도면

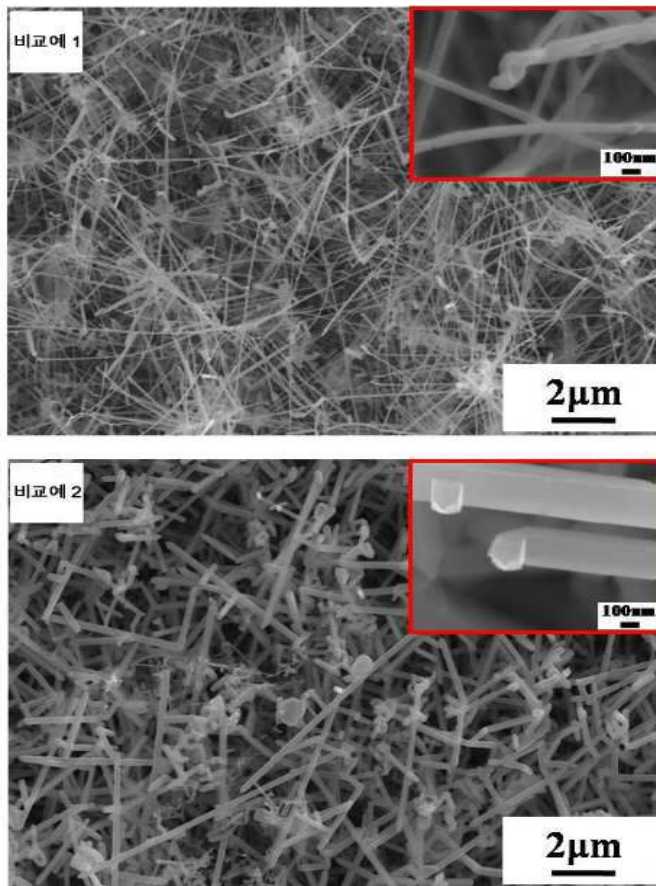
도면1



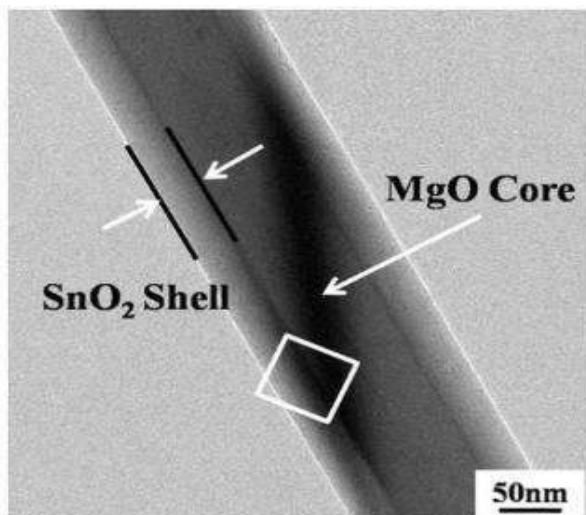
도면2



도면3

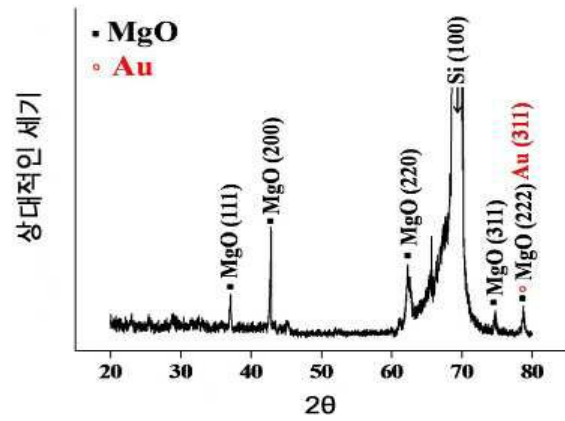


도면4

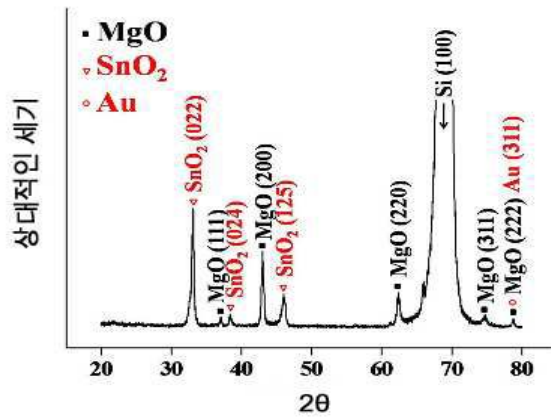


도면5

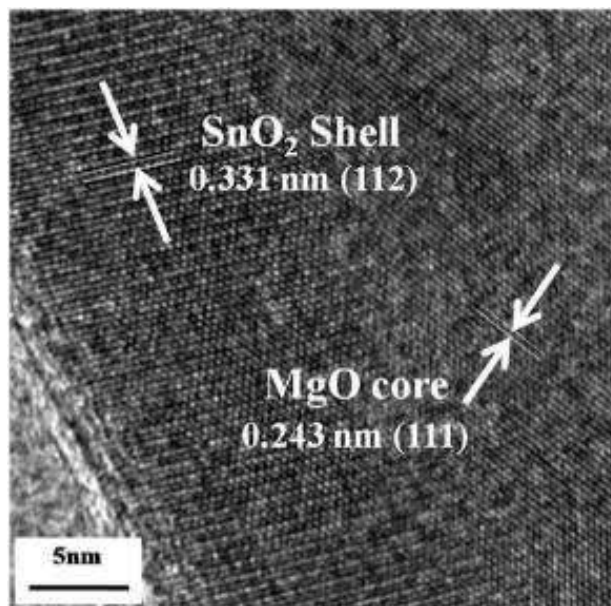
비교예 2



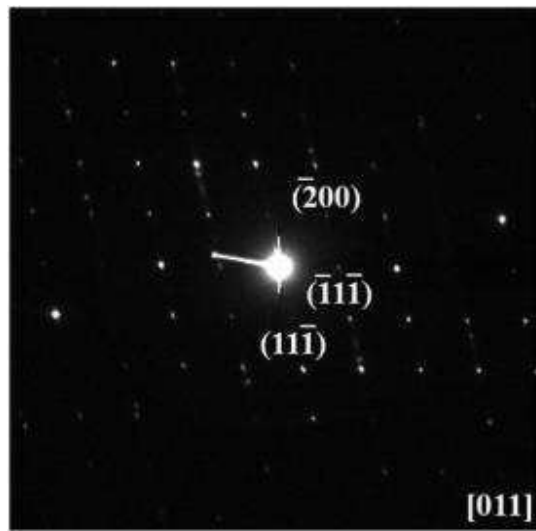
비교예 3



도면6

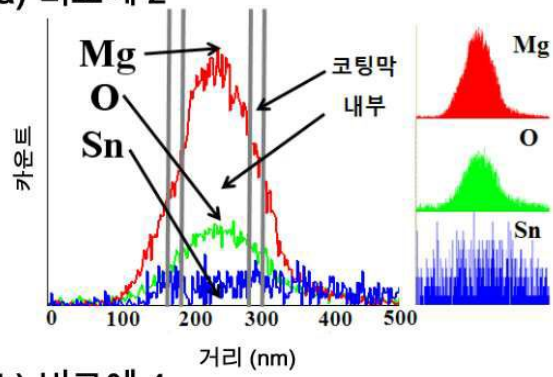


도면7

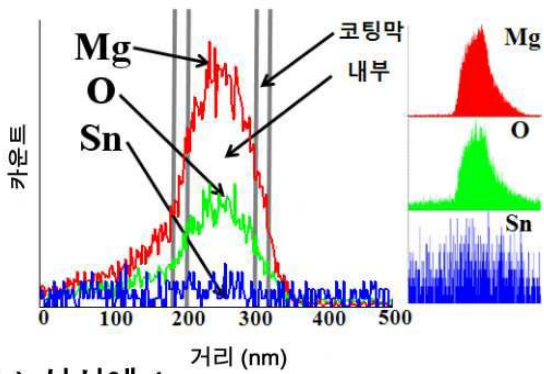


도면8

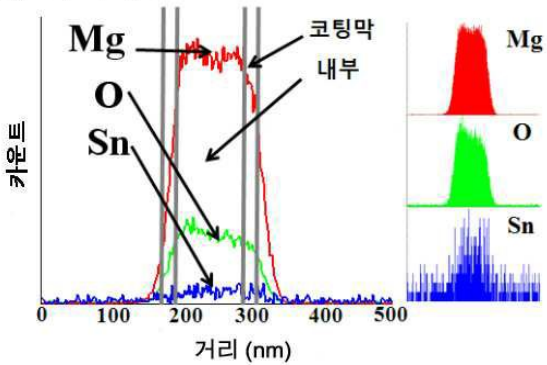
(a) 비교예 2



(b) 비교예 4



(c) 실시예 1



도면9

