



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2018년08월27일
(11) 등록번호 10-1892122
(24) 등록일자 2018년08월21일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01G 9/02 (2006.01) C01G 23/047 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C01G 9/02 (2013.01)
C01G 23/047 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2017-0066165
(22) 출원일자 2017년05월29일
심사청구일자 2017년05월29일
(56) 선행기술조사문헌
ELECTROCHIMICA ACTA 58 (2011) 19- 24*
MATERIALS RESEARCH BULLETIN 45 (2010)
1026-1032*
IEEE TRANSACTIONS ON NANOTECHNOLOGY VOL.13
NO.2 MARCH 2014*
W02006062947 A2
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
충남대학교산학협력단
대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)
(72) 발명자
신원규
대전광역시 서구 월평동로 45, 102-106
(74) 대리인
추혁

전체 청구항 수 : 총 7 항

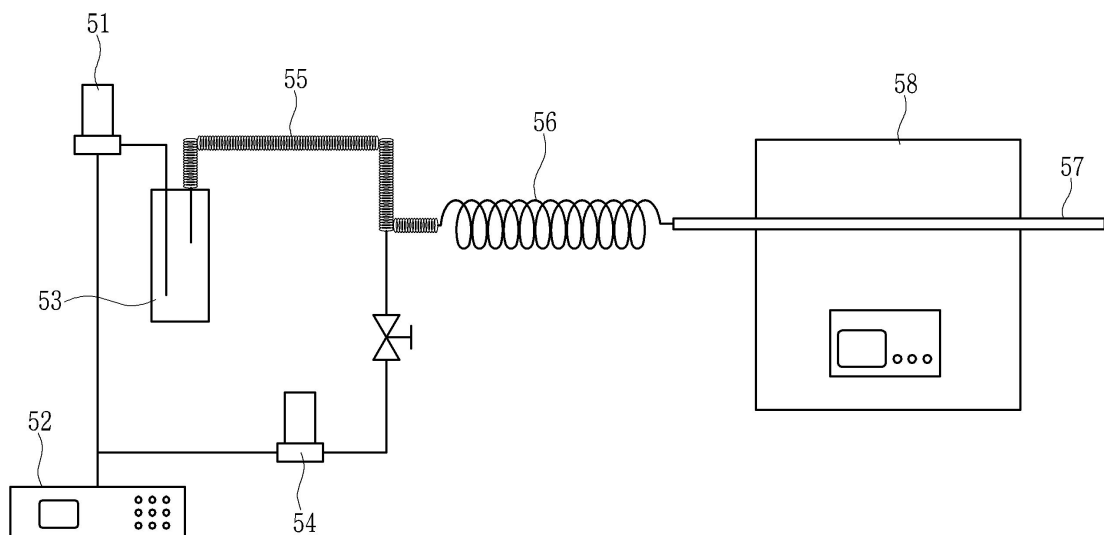
심사관 : 강민구

(54) 발명의 명칭 산화아연 / 산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조장치 및 제조방법

(57) 요약

산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조방법이 개시되어 있다. 본 발명은, 산화아연 나노와이어를 제조하는 단계; 상기 산화아연 나노와이어에 산화티타늄을 포함하는 전구체 증기를 공급하는 단계; 산화티타늄을 포함하는 전구체 증기가 열분해 되며 산화티타늄 증기를 생성하는 단계; 및 산화티타늄 증기가 산화아연 나노와이어 표면에 증착되는 단계를 포함한다.

대표도



(52) CPC특허분류

C01P 2004/16 (2013.01)

C01P 2004/84 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2014R1A1A1A05008356

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 신진연구자지원사업

연구과제명 코어-셸 나노와이어의 기체상 제조 및 태양전지 응용

기 여 율 1/1

주관기관 충남대학교

연구기간 2014.05.01 ~ 2017.04.30

공지예외적용 : 있음

명세서

청구범위

청구항 1

산화아연 나노와이어를 제조하는 단계; 상기 산화아연 나노와이어에 산화티타늄 전구체를 공급하는 단계; 산화티타늄 전구체가 열분해되며 산화티타늄 증기를 생성하는 단계; 및 산화티타늄 증기가 산화아연 나노와이어 표면에 증착되는 단계를 포함하는 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조방법에 있어서,

상기 산화아연 나노와이어 제조단계는,

실리콘 기판 상부에 탄소 촉매층을 형성하는 단계; 및

상기 탄소 촉매층에 산화아연 증기를 열화학 기상 증착방법을 통해서 증착시켜서 다수의 산화아연 나노와이어를 상기 실리콘 기판에 대해 수직방향으로 성장시키는 단계:를 포함하며,

상기 탄소 촉매층을 형성하는 단계는,

세라믹튜브의 내부에 탄소가루와 실리콘 기판이 담긴 알루미늄나 보트를 위치시키는 단계;

질량 유량 제어기를 통해서 이송가스로서 질소가스를 1 LPM(liter per minute)의 유량으로 유동시키고, 퍼니스의 온도를 1,100 ℃ 이상으로 가열하는 단계; 및

이송가스인 질소가스가 탄소가루로부터 생성된 탄소 증기를 통해서 상기 실리콘 기판에 탄소 필름을 코팅하는 단계:를 포함하는 것을 특징으로 하는 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

제 1항에 있어서,

산화아연 나노와이어를 성장시키는 단계는,

탄소필름이 코팅된 실리콘 기판과 소스물질인 아연 막대를 알루미늄나 보트에 담아서 세라믹튜브의 내부에 위치시키는 단계;

질량 유량 제어기를 통해서 이송가스로서 아르곤과 산소의 혼합가스를 0.4~1 LPM(liter per minute)의 유량으로 유동시키고, 퍼니스의 온도를 550~750 ℃의 온도로 가열하는 단계; 및

상기 아연막대로부터 생성된 아연 증기가 이송가스인 아르곤과 산소의 혼합가스를 만나서 산화아연 나노와이어를 실리콘 기판 상에 성장시키는 단계:를 포함하는 것을 특징으로 하는 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조방법.

청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 산화티타늄 전구체는 TTIP(Titanium tetra iso- propoxide)인 것을 특징으로 하는 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조방법.

청구항 6

제 1항에 있어서,

상기 산화티타늄 증기가 산화아연 나노와이어 표면에 산화티타늄 층을 생성하도록 하기 위해 희석가스를 공급해주는 것을 특징으로 하는 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조방법.

청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 산화티타늄 증기의 증착단계에서,

증착 시간을 15~60분으로 조절하였을 때 산화티타늄 셸의 두께가 1 nm/분의 속도로 두꺼워지는 것을 특징으로 하는 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조방법.

청구항 8

불활성기체인 이송가스의 유량을 제어하기 위한 질량유량 제어기;

상기 질량유량 제어기의 후단에 설치되며 산화티타늄 전구체가 충전되는 버블러;

상기 버블러와 튜브로 연결되며 혼합가스를 혼합하는 코어튜브;

상기 버블러와 코어튜브를 연결하는 튜브의 외부에 설치되는 히팅시스템;

상기 코어튜브에 희석가스를 공급하기 위한 희석가스 공급부;

상기 코어튜브에서 혼합된 TTIP 증기와 희석가스가 공급되어 산화 티타늄 증기를 생성하는 세라믹튜브; 및

상기 세라믹튜브를 고온으로 가열하기 위한 튜브 퍼니스;를 포함하는 것을 특징으로 하는 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조장치.

청구항 9

제 8항에 있어서,

상기 코어튜브의 외주면에 히팅테이프가 장착되는 것을 특징으로 하는 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조장치.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조장치 및 제조방법에 관한 것으로, 보다 구체적으로는 잘 배열된 산화아연 나노와이어에 코팅 물질로 사용될 전구체와 불활성 기체를 넣고 화학 기상 증착 방법으로 두께가 제어된 산화티타늄 필름을 코팅하여 다양한 응용물에서 최적의 효율을 보일 수 있도록 한 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조장치 및 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 산화아연과 산화티타늄은 유사한 밴드갭 영역을 가진 반도체 물질이지만 흡수하는 광파장대와 내구성에 차이를 보인다. 그리고 두 물질 모두 반도체 물질이 가진 특성을 활용하여 가스/UV 센서, 태양전지, 광전기화학전지, LED 등으로 다양하게 쓰이고 있다. 잘 배열된 산화아연 나노와이어의 형상은 이러한 쓰임새에서 높은 효율을 나타내고, 여기에 산화아연과는 또 다른 특성을 가진 산화티타늄을 코팅하면 산화아연과 산화티타늄 두 물질 모두의 특성을 동시에 활용할 수 있다. 산화아연 나노와이어에 산화티타늄 필름을 코팅한 산화아연-산화티타늄 코어셸 나노와이어는 산화아연 나노와이어에 비해 각각의 쓰임새에서 더욱 높은 효율을 나타내고, 내구성 또한 뛰어나기 때문에 산화아연-산화티타늄 코어셸 나노와이어를 제조하는 방법을 개발하고, 발전시켜 관련 기술 발전에 기여할 필요성이 있다.

[0003] 예를 들어 비특허 문헌 1에서는 화학 기상 증착 방법으로 산화아연 나노와이어를 제조하였는데, 소스 물질과 기판을 함께 위치시키고 이송가스를 공급하며 가열하는 것만으로 간단하게 잘 배열된 산화아연 나노와이어를 제조하였다.

- [0004] 비특허 문헌 2 에서는 수열반응 방법으로 산화아연 나노로드를 제조하고, TTIP(titanium tetraisopropoxide)를 전구체로 하여 화학기상증착 방법으로 산화아연-산화티타늄 코어셸 나노와이어를 제조하였다. 이 때 산화아연-산화티타늄 코어셸 나노와이어의 산화티타늄 필름 두께에 따른 태양전지 효율을 비교하였다.
- [0005] 화학 기상 증착 방법을 통한 산화아연-산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조방법은 TTIP를 전구체로 선정하여 이루어질 수 있고, 제조과정에서의 시간을 조절하여 산화티타늄 필름의 두께를 조절할 수 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0006] (특허문헌 0001) 1. 대한민국 등록특허 제10-1665154호 (2016.10.05)
- (특허문헌 0002) 2. 대한민국 등록특허 제10-1732178호 (2017.04.25)

비특허문헌

- [0007] (비특허문헌 0001) Lupan, Oleg, G. A. Emelchenko, V. V. Ursaki, G. Chai, A. N. Redkin, A. N. Gruzintsev, I. M. Tiginyanu et al. "Synthesis and characterization of ZnO nanowires for nanosensor applications." Materials Research Bulletin 45, no. 8 (2010): 1026-1032.
- (비특허문헌 0002) Irannejad, A., K. Janghorban, O. K. Tan, H. Huang, C. K. Lim, P. Y. Tan, X. Fang et al. "Effect of the TiO₂ shell thickness on the dye-sensitized solar cells with ZnO/TiO₂ coreshell nanorod electrodes." Electrochimica Acta 58 (2011): 19-24.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0008] 본 발명의 목적은 잘 배열된 산화아연 나노와이어에 산화티타늄 필름을 코팅하여 다양하게 응용될 수 있도록 한 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조장치 및 제조방법을 제공하는 데 있다.
- [0009] 본 발명의 다른 목적은 산화아연 나노와이어를 기상에서 빠르게 제조할 수 있도록 한 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조장치 및 제조방법을 제공하는 데 있다.
- [0010] 본 발명의 또 다른 목적은 간단한 장치를 활용하며 제조비용을 줄여 적은 비용으로 나노단위로 제어된 산화티타늄 셸을 제조하도록 한 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조장치 및 제조방법을 제공하는 데 있다.
- [0011] 본 발명의 또 다른 목적은 산화아연 나노와이어와 산화티타늄 셸을 제조회에 있어 동일한 장비를 사용함으로써 공정의 단순화시킬 수 있도록 한 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조장치 및 제조방법을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

- [0012] 상기 목적들을 달성하기 위하여, 본 발명에 따른 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조방법은, 산화아연 나노와이어를 제조하는 단계; 상기 산화아연 나노와이어에 산화티타늄 전구체를 공급하는 단계; 산화티타늄 전구체가 열분해 되며 산화티타늄 증기를 생성하는 단계; 및 산화티타늄 증기가 산화아연 나노와이어 표면에 증착되는 단계를 포함한다.
- [0014] 상기 산화아연 나노와이어 제조단계는, 실리콘 기판 상부에 탄소 촉매층을 형성하는 단계; 및 상기 탄소 촉매층에 산화아연 증기를 열화학 기상 증착방법을 통해서 증착시켜서 다수의 산화아연 나노와이어를 상기 실리콘 기판에 대해 수직방향으로 성장시키는 단계:를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0016] 상기 탄소 촉매층을 형성하는 단계는, 세라믹튜브의 내부에 탄소가루와 실리콘 기판이 담긴 알루미늄 보트를 위치시키는 단계; 질량 유량 제어기를 통해서 이송가스로서 질소가스를 1 LPM(liter per minute)의 유량으로 유동시키고, 퍼니스의 온도를 1,100 ℃ 이상으로 가열하는 단계; 및 이송가스인 질소가스가 탄소가루로부터 생성된

탄소 증기를 통해서 상기 실리콘 기판에 탄소 필름을 코팅하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0018] 산화아연 나노와이어를 성장시키는 단계는, 탄소필름이 코팅된 실리콘 기판과 소스물질인 아연 막대를 알루미늄 보트에 담아서 세라믹튜브의 내부에 위치시키는 단계; 질량 유량 제어기를 통해서 이송가스로서 아르곤과 산소의 혼합가스를 0.4~1 LPM(liter per minute)의 유량으로 유동시키고, 퍼니스의 온도를 550~750 ℃의 온도로 가열하는 단계; 및 상기 아연막대로부터 생성된 아연 증기가 이송가스인 아르곤과 산소의 혼합가스를 만나서 산화아연 나노와이어를 실리콘 기판 상에 성장시키는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0020] 상기 산화티타늄 전구체는 TTIP(Titanium tetraisopropoxide)인 것을 특징으로 한다.

[0022] 상기 산화티타늄 증기가 산화아연 나노와이어 표면에 산화티타늄 층을 생성하도록 하기 위해 희석가스를 공급해주는 것을 특징으로 한다.

[0024] 상기 산화티타늄 증기의 증착단계에서, 증착 시간을 15~60분으로 조절하였을 때 산화티타늄 쉘의 두께가 1 nm/분의 속도로 두꺼워지는 것을 특징으로 한다.

[0026] 본 발명에 따른 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조장치는, 불활성기체인 이송가스의 유량을 제어하기 위한 질량유량 제어기; 상기 질량유량 제어기의 후단에 설치되며 산화티타늄 전구체가 충전되는 버블러; 상기 버블러와 튜브로 연결되며 혼합가스를 혼합하는 코어튜브; 상기 버블러와 코어튜브를 연결하는 튜브의 외부에 설치되는 히팅시스템; 상기 코어튜브에 희석가스를 공급하기 위한 희석가스 공급부; 상기 코어튜브에서 혼합된 TTIP 증기와 희석가스가 공급되어 산화 티타늄 가스를 생성하는 세라믹튜브; 및 상기 세라믹튜브를 고온으로 가열하기 위한 튜브 퍼니스;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0028] 상기 코어튜브의 외주면에 히팅테이프가 장착되는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0029] 상기에 상술한 바와 같이, 본 발명의 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조 방법은 기존의 방법과는 달리 동일한 장비사용, 저렴한 비용, 제조 시간의 단축 등의 장점을 가지고 있다. 단순히 산화티타늄 쉘의 코팅 시간을 15~60분으로 조절함으로써 손쉽게 나노단위의 산화티타늄 쉘 두께를 제어할 수 있어, 다양한 쓰임에서 최적의 효율을 보이는 산화아연-산화티타늄 코어셸 나노와이어 형상의 제조 또한 가능하게 한다.

[0030] 또한, 본 발명에 따르면, 화학 증기 증착법에 의해서 ZnO 와이어에 코팅하는 TiO_2 의 두께를 정밀하게 제어함으로써, 보다 높은 효율성을 얻을 수 있는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0031] 도 1은 본 발명에 따른 산화아연 나노와이어를 제조하기 위한 장치의 개략도이다.

도 2는 도 1의 장치에서 기판에 탄소 필름을 코팅하는 것을 도시한 개략적인 도면이다.

도 3은 도 1의 장치에서 탄소 필름이 코팅된 실리콘 기판 상에 잘 배열된 산화아연 나노와이어를 제조하는 것을 도시한 도면이다.

도 4는 본 발명에 따른 산화아연-산화티타늄 코어셸 나노와이어를 제조하기 위한 튜브퍼니스 시스템의 개략도이다.

도 5는 도 4의 시스템을 통해서 제조된 산화아연-산화티타늄 코어셸 나노와이어를 도시한 도면이다.

도 6은 본 발명에서 산화티타늄 쉘의 코팅시간이 증가함에 따른 산화티타늄 쉘의 두께 변화를 나타낸 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0032] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명에 따른 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조장치 및 제조방법을 상세히 설명하도록 한다.

[0034] 도 1 내지 도 3은 본 발명에서 사용되는 산화아연 나노와이어의 제조장치에 대한 도면이다.

[0035] 먼저, 상기 도면을 참고하여서 산화아연 나노와이어의 제조공정에 대하여 구체적으로 설명하도록 한다.

[0037] 도 1에 도시된 바와 같이, 본 발명에 따른 산화아연 나노와이어의 제조장치는, 이송가스의 유량을 제어하기 위한 질량 유량 제어기(1), 상기 질량 유량 제어기(1)를 제어하기 위한 제어박스(2), 소스물질과 실리콘 기판이

담긴 알루미늄 보트가 위치되며 이송가스가 지나가는 세라믹 튜브(3), 및 상기 세라믹 튜브(3)를 고온으로 가열하여 소스 물질의 증기를 발생시키는 역할을 하는 퍼니스(4)를 포함한다.

[0039] 본 발명에 따른 장치에서 실리콘 기판에 탄소필름을 코팅시키는 제 1공정을 실시하고, 동시에 촉매 역할을 하는 탄소필름이 코팅된 실리콘 기판에 잘 배열된 산화아연 나노와이어를 성장시키는 제 2공정을 실시한다. 본 발명에서는 상기와 같은 제 1공정과 제 2공정을 하나의 시스템에서 실행함으로써, 공정을 단순화시킬 수 있고 비용을 크게 절감할 수 있는 것이다.

[0041] <제 1공정>

[0042] 도 2에 도시된 바와 같이, 세라믹튜브(3)의 내부에 탄소가루(11)와 실리콘 기판(13)이 담긴 알루미늄 보트(10)를 위치시킨다. 상기 탄소가루(11)는 상기 실리콘 기판(13)에 탄소필름을 증착시키기 위한 소스물질의 역할을 한다.

[0043] 이후에, 상기 질량 유량 제어기(1)를 통해서 이송가스로서 질소가스를 1 LPM(liter per minute)의 유량으로 유동시키고, 퍼니스(4)의 온도를 1,100 °C 이상으로 가열한다.

[0044] 그러면, 이송가스인 질소가스가 탄소가루(11)와 실리콘 기판(13)까지 이송하고, 세라믹튜브(3) 내부의 고온으로 인해 탄소가루(11)로부터 탄소 증기가 발생하게 되며, 이러한 상태가 1시간 정도 지속되면 상기 실리콘 기판(13)에 탄소 필름이 고르게 코팅된다.

[0046] <제 2공정>

[0047] 잘 배열된 산화아연 나노와이어를 얻기 위해서, 상기 탄소필름이 코팅된 실리콘 기판(23)과 소스물질인 아연 막대(21)를 알루미늄 보트(10)에 담아서 상기 세라믹튜브(3)의 내부에 위치시킨다.

[0048] 상기 질량 유량 제어기(1)를 통해서 이송가스로서 아르곤과 산소의 혼합가스를 0.6 LPM(liter per minute)의 유량으로 유동시키고, 퍼니스(4)의 온도를 700 °C 이상의 온도로 가열한다.

[0049] 그러면, 아연막대(21)는 고온에서 아연 증기를 만들고, 상기 아연 증기는 이송가스인 아르곤과 산소의 혼합가스를 만나서 산화아연 나노와이어를 상기 실리콘 기판(23) 상에 성장시키게 된다.

[0051] 본 발명에 따른 산화아연 나노와이어는 화학 기상 증착 방법을 사용한다. 상기 화학 기상 증착 방법은 대기 중에서 제조함으로써 30초 내외의 짧은 시간에 제조할 수 있다.

[0052] 또한, 본 발명에서 상기 화학 기상 증착 방법은 촉매제공과 산화아연 나노와이어 제조에 동일한 장치를 사용함으로써 공정의 단순화와 비용절감을 기대할 수 있다.

[0053] 상기 화학 기상 증착 방법은 제조시의 온도를 550~750 °C로 조절함으로써 산화아연 나노와이어의 지름, 길이 및 밀도 등을 조절할 수 있다.

[0054] 상기 화학 기상 증착 방법에서 제조시의 온도가 550 °C에서 50 °C간격으로 증가시킬 경우, 100 nm 크기의 산화아연 나노 입자(particle)로부터 밀도가 높은 산화아연 나노와이어 어레이로 형상이 점차 변화하게 된다. 이를 통해서, 상기 탄소필름이 코팅된 실리콘 기판 상에서 산화아연 나노와이어가 형성될 수 있는 것이다.

[0055] 즉, 세라믹 튜브 내의 온도가 550 °C 이하일 경우에는 산화아연 나노와이어가 형성되지 않는 문제점이 있고, 750 °C 이상일 경우에는 산화아연 나노와이어의 생성 효율이 낮은 문제점이 있다.

[0057] 또한, 이송가스인 아르곤과 산소의 혼합가스 유량을 0.4~1 LPM으로 조절함으로써 산화아연 나노와이어의 배열도 및 밀도를 조절할 수 있다. 즉, 이송가스의 유량을 0.4~1 LPM으로 조절하면, 산화아연 증기가 세라믹 튜브 내부에서 머무르는 체류시간을 조절할 수 있다.

[0058] 본 발명에 따른 제조장치에서 이송가스의 유량을 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 1 LPM으로 설정하였을 때 체류시간은 각각 461, 369, 307, 263, 184 ms이고, 체류시간이 짧아질수록 산화아연 나노와이어의 길이는 길어지지만 배열도가 흐트러지는 경향을 보였다.

[0059] 즉, 이송가스의 유량이 0.4 LPM 이하일 경우에는 산화아연 나노와이어의 형성이 어렵고, 유량이 1 LPM 이상일 경우에는 나노와이어의 배열도가 흐트러지는 문제점이 있다.

[0061] 이하, 도 4 내지 도 6을 참조하여, 본 발명에 따른 산화아연/산화티타늄 코어셸 나노와이어의 제조장치 및 제조방법에 대하여 구체적으로 설명하도록 한다.

- [0063] 도 4를 참조하면, 본 발명은 불활성기체인 이송가스의 유량을 제어하기 위한 질량유량 제어기(51)와 제어박스(52)를 포함한다. 상기 제어박스에서 사용하고자 하는 이송가스의 유량을 설정하면 상기 질량유량제어기(51)에서 전기적 신호를 가하여 이송가스의 유량을 제어하게 된다.
- [0064] 상기 질량유량 제어기(51)의 후단에는 버블러(53)가 설치되어 있어서, 상기 질량유량 제어기(51)에서 제어된 이송가스가 상기 버블러(53)으로 공급된다. 상기 버블러(53)에는 소스물질인 TTIP(titanium tetraisopropoxide)가 충전되어 있다.
- [0065] 상기 버블러(53)는 그 후방으로 코어튜브(56)에 연결되어 있고, 상기 버블러(53)과 상기 코어튜브(56)를 연결하는 튜브의 외부에는 히팅시스템(55)이 설치되어 있다.
- [0066] 상기 히팅시스템(55)은 상기 TTIP가 이송가스와 함께 이송될 때, 응축되는 것을 방지하기 위한 것이다. 이때, 상기 히팅시스템(55)의 온도는 약 60℃인 것이 바람직하다.
- [0067] 또한, 상기 코어튜브(56)의 입구측에는 희석가스를 공급하기 위한 공급튜브가 상기 버블러(53)로부터 TTIP를 공급하는 튜브와 합체되도록 구성되어 있어서, 상기 TTIP와 희석가스가 상기 코어튜브(56)에서 함께 혼합될 수 있도록 한다. 상기 희석가스는 TTIP 증기의 농도를 낮추는 역할을 함과 동시에 최종적으로 튜브 퍼니스 내부로 공급되는 전체 TTIP 유량을 조절하는 역할을 한다. 상기 희석가스는 희석가스 공급부(54)로부터 공급된다.
- [0068] 이때, 상기 코어튜브(56)의 외주면에도 히팅테이프가 장착되어서 TTIP와 희석가스가 혼합될 때, 응축되지 않도록 하는 것이 바람직하다.
- [0069] 상기 코어튜브(56)로부터 상기 세라믹튜브(57)로 이송된 이송가스, 희석가스 및 TTIP의 혼합가스는 고온으로 가열되어서 TTIP가 분해되면서 산화티타늄 가스를 생성하게 된다.
- [0070] 이때, 상기 세라믹튜브(57)를 고온으로 가열하는 장치는 튜브퍼니스(58)로서 온도설정에 의해 사용자가 원하는 일정온도까지 상승시킬 수 있는 것이다.
- [0072] <제 3공정>
- [0073] 상기 세라믹튜브(57)의 내부에 상기 제 1공정 및 제 2공정에서 제조된 산화아연 나노와이어 기판을 위치시키고, 튜브퍼니스(58)를 450℃로 설정한 후 가열한다. 일정시간이 지나면 상기 세라믹튜브(57)의 내부온도가 450℃까지 상승하게 된다.
- [0074] 이후에, 상기 질량유량 제어기(51)를 통해 이송가스를 0.5LPM(liter per minute)으로 설정하여 상기 버블러(53)로 이송시킨다. 상기 버블러(53)에는 TTIP를 충전시키고, 이송가스를 공급하면 TTIP 가스가 이송가스와 함께 상기 버블러(53)로부터 토출되어 상기 히팅시스템(55)을 거쳐서 상기 코어튜브(56)으로 이동한다. 이때 상기 희석가스 공급부(54)로부터 공급된 희석가스도 상기 코어튜브(56)으로 이송되어, 상기 코어튜브(56)에서 상기 TTIP가스와 희석가스가 혼합된다. 상기 희석가스는 6.45 LPM으로 공급되는 것이 바람직하다.
- [0075] 상기 코어튜브(56)에서 혼합된 TTIP와 희석가스는 세라믹 튜브(57)의 내부로 공급되어서 상기 기판 상의 산화아연 나노와이어 표면 위에 산화티타늄을 셀 형태로 일정 두께로 코팅할 수 있는 것이다.
- [0076] 이때 TTIP를 공급하는 시간을 조절하면 코팅되는 산화티타늄 셀의 두께를 조절할 수 있다.
- [0077] TTIP를 공급한 후 15분 동안은 산화아연 나노와이어의 표면에 1~2 nm 크기의 산화티타늄 파티클이 발생하고, 15분 이후부터 약 1nm/분의 속도로 코팅된다. 약 30분 동안 코팅할 경우 15 nm, 1시간 동안 코팅할 경우 약 50 nm의 산화티타늄이 코팅된 산화아연-산화티타늄 코어셀 나노와이어를 얻을 수 있다(도 5 참조).
- [0079] 도 6은 본 발명에서 산화티타늄 셀의 코팅시간이 증가함에 따른 산화티타늄 셀의 두께 변화를 나타낸 사진이다.
- [0080] 도 6을 참조하면, (1)은 15분 동안 코팅된 산화아연-산화티타늄 코어셀 나노와이어의 TEM 사진이고, (2)는 20분 동안 코팅된 산화아연-산화티타늄 코어셀 나노와이어의 TEM 사진이고, (3)은 25분 동안 코팅된 산화아연-산화티타늄 코어셀 나노와이어의 TEM 사진이고, (4)는 30분 동안 코팅된 산화아연-산화티타늄 코어셀 나노와이어의 TEM 사진이고, (5)는 45분 동안 코팅된 산화아연-산화티타늄 코어셀 나노와이어의 TEM 사진이고, (6)은 60분 동안 코팅된 산화아연-산화티타늄 코어셀 나노와이어의 TEM 사진이다.
- [0082] 본 발명에서는 잘 배열된 산화아연-산화티타늄 코어셀 나노와이어 제조를 위해 화학 기상 증착 방법을 사용한다.

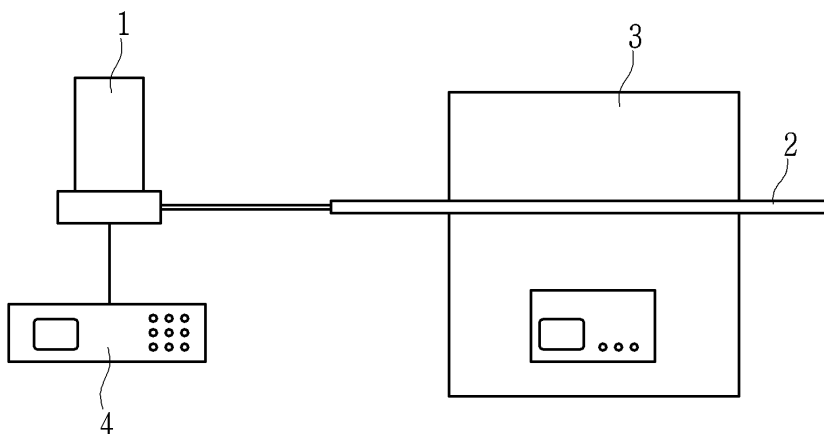
- [0083] 상기 화학 기상 증착 방법은 대기 중에서 제조함으로 1시간 이내의 짧은 시간에 제조할 수 있다. 또한, 산화아연 나노와이어와 산화티타늄 셀 제조에 동일한 장치를 사용함으로 공정의 단순화와 비용절감을 기대할 수 있다.
- [0084] 상기 화학 기상 증착 방법은 산화티타늄 셀의 코팅 시간을 15-60분으로 조절함으로써 산화티타늄 셀의 두께를 조절할 수 있고, 산화티타늄 셀의 코팅시간이 길어질수록 산화티타늄 셀의 두께가 1 nm/분 속도로 두꺼워 지는 것을 확인하였다.
- [0085] 본 발명에서는 전구체를 공급하는 버블러 장치의 유량을 조절함으로써 산화티타늄 셀의 두께를 조절할 수 있으며, 이러한 점에서 볼 때 전구체를 공급하는 버블러 장치의 유량이 증가하면 산화티타늄 셀의 전구체 증기의 양이 증가하게 되고, 산화티타늄 셀이 두꺼워진다.
- [0086] 본 발명에 따르면, 상기 화학 기상 증착 방법에서 산화티타늄 셀을 코팅하는 실험장치의 온도가 증가하면 산화티타늄 전구체의 분해속도가 빨라지게 되고, 더 많은 산화티타늄 증기가 발생하기 때문에 산화티타늄 셀이 두꺼워진다.
- [0087] 또한, 상기 화학 기상 증착 방법은 기존의 산화아연 나노와이어의 제조방법들에 비해 비교적 빠르게 산화아연 나노와이어를 제조할 수 있고 동일한 장비를 사용하여 산화티타늄 셀 또한 제조할 수 있기 때문에 저렴한 비용과 공정의 단순화를 유도함으로써 대량생산에 유리하다는 장점이 있다.
- [0089] 이상에서 본 발명의 바람직한 실시예에 대하여 상세하게 설명하였지만 본 발명의 권리범위는 이에 한정되는 것은 아니고 다음의 청구범위에서 정의하고 있는 본 발명의 기본 개념을 이용한 당업자의 여러 변형 및 개량 형태 또한 본 발명의 권리범위에 속하는 것이다.

부호의 설명

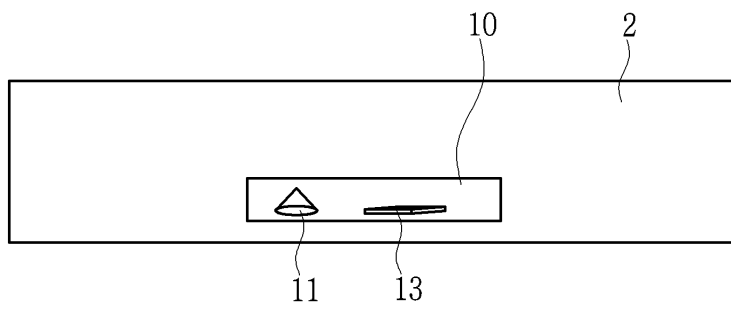
- [0090] 51: 질량유량 제어기 52: 제어박스
53: 버블러 54: 희석가스 공급부
55: 히팅시스템 56: 코어튜브
57: 세라믹튜브 58: 튜브 퍼니스

도면

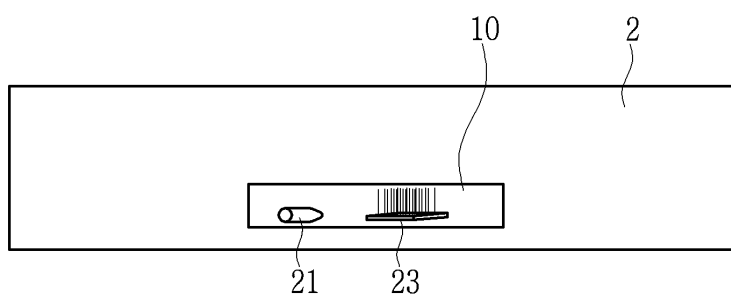
도면1



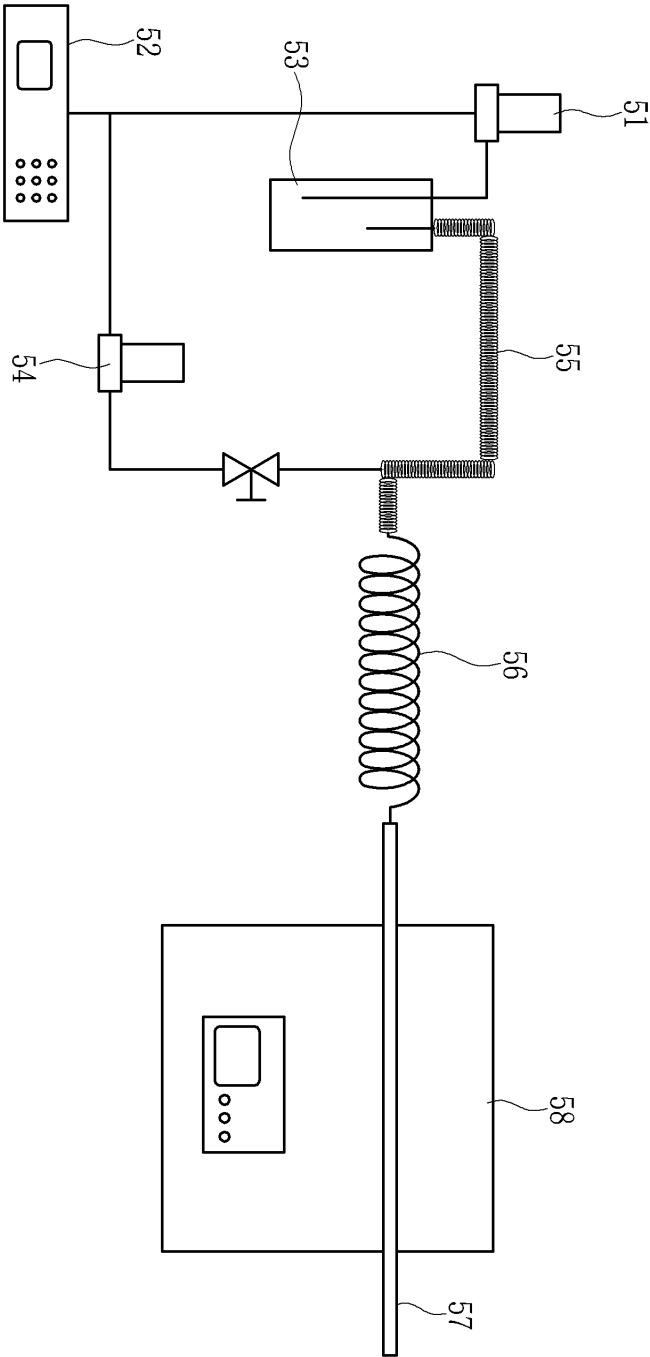
도면2



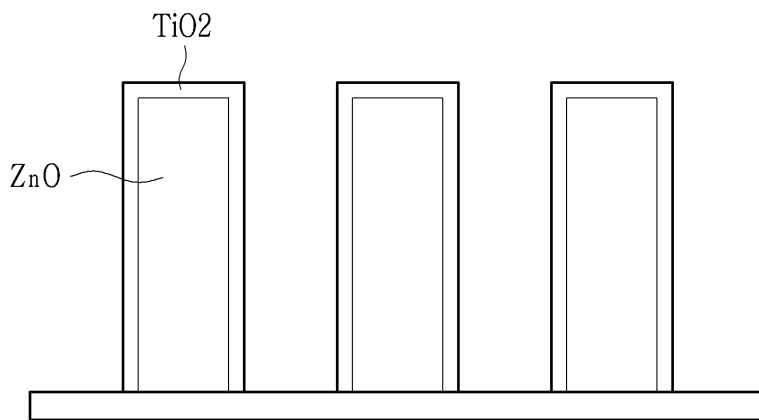
도면3



도면4



도면5



도면6

