

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2014-0036772 (43) 공개일자 2014년03월26일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) B82B 1/00 (2006.01) B82B 3/00 (2006.01)	(21) 출원번호 10-2012-0103300 (22) 출원일자 2012년09월18일 심사청구일자 2012년09월18일	(71) 출원인 인하대학교 산학협력단 인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동) (72) 발명자 이종무 경기 고양시 일산동구 산두로 128, 912동 303호 (정발산동, 밤가시마을건영빌라9단지아파트) 진창현 인천 남구 인주대로224번길 18, 402호 (용현동, 인하오피스텔) (74) 대리인 이원희

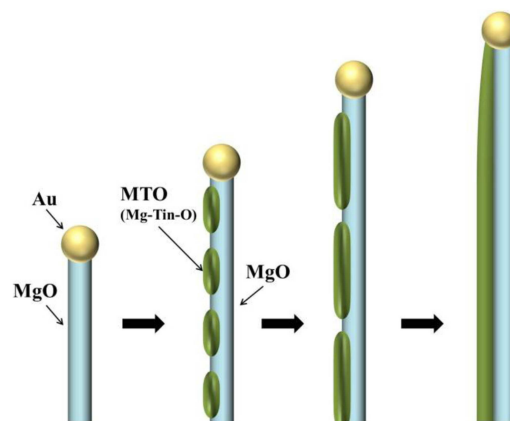
전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 발명의 명칭 이축 구조를 갖는 산화마그네슘 / 마그네슘주석산화물 나노와이어 및 이의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 이축(biaxial) 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 산화마그네슘 나노와이어; 및 상기 산화마그네슘 나노와이어에 평행한 방향으로 표면에 부착되어 형성된 마그네슘주석산화물 나노와이어를 포함하는 이축(biaxial) 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어 및 이의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 따른 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물은 산화마그네슘 나노와이어 및 상기 산화마그네슘 나노와이어에 평행한 방향으로 표면에 부착되어 형성된 마그네슘주석산화물 나노와이어를 포함하는 이축(biaxial) 구조를 가짐으로써 청색-보라색 영역에서 발광특성이 우수할 뿐만 아니라 단일단계로 구성된 열증착법으로 간단하게 제조되는 장점이 있다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

김현수

경기 남양주시 진접읍 장현로 60-22, 302호 (고려주택)

박성훈

인천 부평구 부일로113번길 11, 5동 307호 (부개동, 대동아파트)

안소연

인천 남동구 구월남로 60, (구월동)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 45249-1

부처명 교육과학기술부

연구사업명 핵심연구(개인)

연구과제명 TiO₂ 나노튜브에 의한 광열 암 치료기술 개발

기 여 율 1/1

주관기관 인하대학교 산학협력단

연구기간 2012.05.01 ~ 2013.04.30

특허청구의 범위

청구항 1

산화마그네슘 나노와이어; 및

상기 산화마그네슘 나노와이어에 평행한 방향으로 표면에 부착되어 형성된 마그네슘주석산화물 나노와이어를 포함하는 이축(biaxial) 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 열증착법을 통해 제조되는 것을 특징으로 하는 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 산화마그네슘 나노와이어가 형성된 이후에, 마그네슘주석산화물 나노와이어가 상기 산화마그네슘 나노와이어에 평행한 방향으로 표면에 부착되어 형성된 것을 특징으로 하는 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 마그네슘주석산화물 나노와이어에서 마그네슘이 주석으로 치환됨에 따라서 마그네슘주석산화물에서의 산소결함, F+ 결함 및 F- 결함이 증가된 것을 특징으로 하는 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 마그네슘주석산화물에서의 결함의 증가는 상기 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 청색 영역에서의 발광특성을 향상시키는 것을 특징으로 하는 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 직경이 100 - 300 nm이고, 길이가 50 - 300 μ m인 것을 특징으로 하는 이축구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어.

청구항 7

기관 상부에 금속촉매를 증착하는 단계(단계 1); 및

불활성가스 및 산소가스의 혼합가스가 흐르는 분위기에서,

마그네슘 전구체 분말 및 주석 분말을 열기화시킨 후, 상기 단계 1의 금속촉매가 증착된 기관에 공급하여 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어를 성장시키는 단계(단계 2);를 포함하는 제1항의 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 제조방법.

청구항 8

제7항에 있어서, 상기 기판은 실리콘 기판인 것을 특징으로 하는 제1항의 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 제조방법.

청구항 9

제7항에 있어서, 상기 단계 1의 금속축매는 금, 은, 백금, 니켈, 코발트 및 구리로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종인 것을 특징으로 하는 제1항의 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 제조방법.

청구항 10

제7항에 있어서, 상기 불활성가스 및 산소가스는 15 - 30 : 1의 부피비로 공급되는 것을 특징으로 하는 제1항의 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 제조방법.

청구항 11

제7항에 있어서, 상기 마그네슘 전구체 분말 및 주석 분말은 각각 독립된 공간에서 열기화되는 것을 특징으로 하는 제1항의 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 제조방법.

청구항 12

제7항에 있어서, 상기 단계 2는 800 - 1000 °C에서 수행되는 것을 특징으로 하는 제1항의 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 제조방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 이축(biaxial) 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 최근에는 나노와이어, 나노로드와 같은 1차원 나노구조체의 발광특성, 전기적특성을 조절하는 방법으로 화학적 조성 또는 나노구조체의 구조를 변형하는 방법들이 연구되고 있다. 그 중 이중구조를 갖는 1차원 나노구조체는 물리적특성이 우수하여 최근 많은 연구가 수행되고 있다. 이중구조를 갖는 1차원 나노구조체는 주로 비산화물/산화물로 구성되어 있다. 예를 들면, 1차원 비산화물/산화물 나노구조체는 금/산화규소, 아연/산화아연 등의 금속/산화물로 구성될 수 있고, 또한 탄소/산화규소와 같이 비산화물 반도체/산화물로 구성될 수 있다.

[0003] 특히, 산화마그네슘은 밴드갭이 넓은 전형적인 반도체이다. 따라서, 산화마그네슘 표면에 빛을 조사하게 되면 낮은 에너지를 갖는 광자(photons)가 발광하기를 기대하기 어렵다. 그러나, 산화마그네슘 나노구조체에 산소결함, F⁺ 결함, F⁻ 결함 등이 존재하게 되면 산화마그네슘의 밴드갭 사이에 새로운 에너지 레벨이 형성되어 광발광 또는 전기적 발광을 유도할 수 있다.

[0004] 연구된 바에 의하면, 산화마그네슘 나노구조체는 상기 언급한 결함에 의해 보라색, 청색, 청색-녹색 영역에서

발광특성을 나타낼 수 있다고 알려져 있다. 일반적으로, 산화마그네슘에 이러한 결함을 형성시키는 방법으로는 산화마그네슘에 특정 도펀트를 도핑시키는 방법이 사용되었다. 예를 들면, 대한민국등록특허 10-0555831호(등록일:2006.02.21), 대한민국공개특허 10-2010-0074972호(공개일:2010.07.02)에는 산화마그네슘에 망간 또는 세륨을 도핑시켜 발광특성을 조절하였음을 개시하고 있다.

[0005] 상기 언급한 바와 같이, 산화마그네슘에 특정 도펀트를 도핑하여 산화마그네슘 나노구조체의 발광특성을 조절하는 방법 외에도 산화마그네슘 나노구조체의 구조를 조절하는 방법도 개시되어 있다. 예를 들면, 산화마그네슘에 비교하여 밴드갭이 좁은 물질들과 산화마그네슘 나노구조체를 코어-셸 구조로 형성시킴으로써 산화마그네슘의 발광특성을 조절하는 방법도 개시되어 있다.

[0006] 이에, 본 발명자들은 산화마그네슘 나노와이어의 발광특성을 향상시키기 위한 방법을 연구하던 중, 산화마그네슘 나노와이어 및 상기 산화마그네슘 나노와이어에 평행한 방향으로 표면에 부착되어 형성된 마그네슘주석산화물 나노와이어를 포함하는 이축(biaxial) 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어가 청색 영역에서의 발광특성을 향상시킬 수 있을 뿐만 아니라 이러한 나노와이어를 단일단계로 구성된 열증착법으로 간단하게 성장시킬 수 있음을 알아내고 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명의 목적은 청색 영역에서 발광특성이 향상된 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어를 제공하는데 있다.

[0008] 본 발명의 또 다른 목적은 상기 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 제조방법을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0009] 상기 과제를 해결하기 위해, 본 발명은

[0010] 산화마그네슘 나노와이어; 및

[0011] 상기 산화마그네슘 나노와이어에 평행한 방향으로 표면에 부착되어 형성된 마그네슘주석산화물 나노와이어를 포함하는 이축(biaxial) 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어를 제공한다.

[0012] 또한, 본 발명은

[0013] 기판 상부에 금속촉매를 증착하는 단계(단계 1); 및

[0014] 불활성가스 및 산소가스의 혼합가스가 흐르는 분위기에서,

[0015] 마그네슘 전구체 분말 및 주석 분말을 열기화시킨 후, 상기 단계 1의 금속촉매가 증착된 기판에 공급하여 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어를 성장시키는 단계(단계 2)를 포함하는 본 발명의 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

[0016] 본 발명에 따른 이축 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물은 산화마그네슘 나노와이어 및 상기 산화마그네슘 나노와이어에 평행한 방향으로 표면에 부착되어 형성된 마그네슘주석산화물 나노와이어를 포함하는 이축

(biaxial) 구조를 가짐으로써 청색 영역에서 발광특성이 우수할 뿐만 아니라 단일단계로 구성된 열증착법을 통해 간단하게 제조되는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명에 따른 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 성장과정을 간단히 도시한 것이다.

도 2는 본 발명에 따른 실시예 1에서 제조된 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어를 주사전자현미경으로 촬영한 결과이다.

도 3(a) 및 도 3(c)는 실시예 1에서 제조된 나노와이어를 투과전자현미경으로 촬영한 사진이고, 도 3(b)는 실시예 1에서 제조된 나노와이어의 끝 부분을 에너지 분산형 X선 측정기를 이용하여 분석한 결과이고, 도 3(d)는 실시예 1에서 제조된 나노와이어를 구성하는 두 부분을 에너지 분산형 X선 측정기를 이용하여 분석한 결과이다.

도 4는 본 발명에 따른 실시예 1에서 제조된 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어를 X선 회절 분석기를 이용하여 분석한 결과이다.

도 5(a)는 본 발명에 따른 실시예 1에서 제조된 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어를 고분해능투과전자현미경(HR-TEM)을 이용하여 촬영한 결과이고, 도 5(b)는 도 5(a)의 산화마그네슘 부분을 확대한 것이고, 도 5(c)는 도 5(a)의 마그네슘주석산화물 부분을 확대한 것이고, 도 5(d)는 본 발명에 따른 실시예 1에서 제조된 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 제한영역 전자회절 패턴을 나타낸 것이다.

도 6은 본 발명에 따른 실시예 1에서 제조된 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어 및 비교예 1의 산화마그네슘 나노와이어를 발광측정시스템을 이용하여 분석한 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

본 발명은 산화마그네슘 나노와이어; 및

상기 산화마그네슘 나노와이어에 평행한 방향으로 표면에 부착되어 형성된 마그네슘주석산화물 나노와이어를 포함하는 이층(biaxial) 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어를 제공한다.

이하, 본 발명에 따른 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어에 대해 하기에 상세히 설명한다.

본 발명에 따른 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 열증착법을 통해 제조되는 것이 바람직하다. 구체적으로, 상기 나노와이어는 특정조건에서 마그네슘 전구체 분말 및 주석 분말이 열기화를 통해 금속촉매가 코팅된 기판상에서 성장한다. 종래 이층 구조를 갖는 나노와이어를 제조하는 방법으로는 열증착법을 일련의 연속된 공정으로 반복수행하는 방법이 제시되었으나, 나노와이어의 성장 조건들을 조절하기 어려운 점이 있었다. 반면에, 본 발명에 따른 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 단일단계로 구성된 열증착법을 통해 간단히 제조될 수 있는 장점이 있다.

도 1에 도시한 바와 같이, 본 발명에 따른 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 산화마그네슘 나노와이어가 형성된 이후에, 마그네슘주석산화물 나노와이어가 상기 산화마그네슘 나노와이어에 평행한 방향으로 표면에 부착되어 형성된다. 구체적으로, 기판상에 코팅된 금속촉매에 의해 산화마그네슘 나노와이어가 먼저 성장된 후, 상기 산화마그네슘 나노와이어를 베이스 나노와이어로 하여 마그네슘주석산화물 나노와이어가 상기 산화마그네슘 나노와이어에 평행한 방향으로 부착되어 형성된다.

- [0024] 본 발명에 따른 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 산화마그네슘 나노와이어 및 마그네슘주석산화물 나노와이어가 접합된 경계면이 뚜렷하게 나타나는 특징이 있다. 이중 구조의 1차원 나노구조체로 구성된 나노장치의 성능 및 신뢰도가 이중구조의 접합면의 형태에 좌우되는 것으로 판단할 때, 본 발명에 따른 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 산화마그네슘 나노와이어 및 마그네슘주석산화물 나노와이어가 접합된 경계에 혼합층이 형성되지 않으므로 물리적, 화학적 특성이 우수할 것으로 기대할 수 있다.
- [0025] 또한, 산화마그네슘은 전도밴드(Conduction band)-원자가밴드(valence band)의 간격으로 정의되는 밴드갭이 넓은 부도체이다. 따라서, 산화마그네슘 표면에 빛을 조사하게 되면 낮은 에너지를 갖는 광자가 발광하기를 기대하기 어렵다. 그러나, 산화마그네슘 나노구조체는 산소결함, F⁺ 결함, F⁻ 결함 등이 존재하거나, 에너지 금지대에서 딥레벨을 형성하는 표면상태가 나타나는 경우에는 발광특성을 나타낼 수 있다. 이러한 결함 및 표면상태는 산화마그네슘의 밴드갭 사이에 새로운 에너지 레벨을 형성시킴으로써 광발광 또는 전기적 발광을 유도할 수 있게 한다.
- [0026] 이러한 산화마그네슘 나노구조체의 발광특성을 조절하는 방법으로는 산화마그네슘에 도펀트를 첨가하는 방법이 가장 일반적으로 사용되고 있다. 예를 들면, 산화마그네슘의 결함을 증가시키기 위한 도펀트로서 주석을 사용할 수 있다. 산화마그네슘에 주석이 도핑된 경우에는 산화마그네슘의 밴드갭 사이에 다수의 결함 에너지 레벨을 형성하므로 산화마그네슘의 발광파장과 강도를 향상시키는 역할을 할 수 있다. 그러나, 산화마그네슘에 주석을 도핑시키는 것은 산화마그네슘의 청색영역에서의 발광특성을 반드시 향상시킬 수 있는 것은 아니며, 나노와이어의 구성 및 나노와이어의 구조에 따라 산화마그네슘의 발광특성이 나타나는 파장대가 달라질 수 있고, 산화마그네슘의 밴드갭 사이에 형성된 다수의 결함 에너지 레벨에 의하여 발광효율이 오히려 감소할 수 있다.
- [0027] 이로부터, 본 발명에 따른 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 마그네슘주석산화물 나노와이어에서 마그네슘이 주석으로 치환됨으로써 마그네슘주석산화물에서의 산소결함, F⁺ 결함 및 F⁻ 결함이 증가하게 되며, 마그네슘주석산화물에서의 결함이 증가함에 따라 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 청색 영역에서의 발광특성이 향상되는 것으로 판단할 수 있다. 그러나, 본 발명에 따른 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 청색 영역에서의 발광특성 향상은 마그네슘주석산화물에 의한 것으로만 판단할 수는 없다. 본 발명에 따른 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 청색 영역에서의 발광특성 향상은 마그네슘주석산화물의 주석으로 인한 결함증가뿐만 아니라 산화마그네슘 나노와이어 및 마그네슘주석산화물 나노와이어의 이층 구조, 상기 나노와이어 간의 뚜렷한 정합구조 등과 같이 복합적인 영향에 기인하는 것으로 예측할 수 있다.
- [0028] 본 발명에 따른 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 직경이 100 - 300 nm이고, 길이가 50 - 300 μ m임을 나타내나, 불활성기체의 공급조건, 마그네슘 전구체 분말 및 주석 분말의 공급비율, 공정 온도 등에 따라 조절될 수 있다. 본 발명에 따른 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 이층구조로 형성되나, 일반적으로 광소자 또는 광전자소자에 응용되는 나노와이어에 알맞는 직경 및 길이로 성장됨으로써 응용분야에 제한되지 않는다는 장점이 있다.
- [0029] 또한, 본 발명은 상기 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 제조방법으로서,
- [0030] 기관 상부에 금속촉매를 증착하는 단계(단계 1); 및
- [0031] 불활성가스 및 산소가스의 혼합가스가 흐르는 분위기에서,
- [0032] 마그네슘 전구체 분말 및 주석 분말을 열기화시킨 후, 상기 단계 1의 금속촉매가 증착된 기관에 공급하여 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어를 성장시키는 단계(단계 2)를 포함하는 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 제조방법을 제공한다.

- [0033] 이하, 본 발명에 따른 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 제조방법을 각 단계별로 상세히 설명한다.
- [0034] 본 발명에 따른 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 제조방법에 있어서, 상기 단계 1은 기판 상부에 금속촉매를 증착하는 단계이다.
- [0035] 기판으로는 실리콘기판을 사용할 수 있으나, 금속촉매를 증착하는 과정 및 나노와이어를 성장시키는 과정에서 변형이 일어나지 않는다면 이에 제한 없이 사용할 수 있다.
- [0036] 기판상에 증착되는 금속촉매는 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 성장을 촉매하는 역할을 한다. 구체적으로, 예를 들면, 고체 표면에 가스 형태로 달라붙은 결정의 성장은 매우 느리다. 기체-액체-고체 메커니즘은 액체상태의 금속촉매를 가함으로써, 기체가 과포화될 수 있도록 도와주고, 액체-고체의 경계에서 핵이 연속적으로 형성되도록 하는 역할을 한다.
- [0037] 상기 금속촉매로는 금, 은, 백금, 니켈, 코발트, 구리 등을 사용할 수 있으나, 상기 나노와이어의 성장을 촉매할 수 있는 물질이라면 이에 제한 없이 사용할 수 있다. 상기 금속촉매로는 금을 사용하는 것이 바람직하다.
- [0038] 본 발명에서 기판상에 금속촉매를 증착하는 방법으로는 당업에서 일반적으로 사용하는 방법을 사용할 수 있으며, 예를 들면 마그네트론 스퍼터링 등을 사용할 수 있다.
- [0039] 다음으로, 본 발명에 따른 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 제조방법에 있어서, 상기 단계 2는 불활성가스 및 산소가스의 혼합가스가 흐르는 분위기에서, 마그네슘 전구체 분말 및 주석 분말을 열기화시킨 후, 상기 단계 1의 금속촉매가 증착된 기판에 공급하여 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어를 성장시키는 단계이다.
- [0040] 본 발명에 따른 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 제조방법에 있어서, 상기 불활성가스 및 산소가스는 상기 나노와이어의 원료물질을 기판상으로 수송시켜, 열기화된 나노와이어의 원료물질을 준 평형상태에 도달할 수 있게 함으로써 나노와이어의 원료를 기판상에 안정적으로 공급하는 역할을 한다. 이때, 상기 불활성가스 및 산소가스는 열기화된 나노와이어의 원료물질이 도달하여 열기화되는 동시에 함께 공급된다.
- [0041] 상기 불활성가스 및 산소가스는 15 - 30 : 1의 부피비로 공급되는 것이 바람직하다. 상기 불활성가스 및 산소가스의 공급비가 상기 부피비를 벗어나는 경우에는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어가 이층 구조로 형성되지 않고, 주석이 도핑된 삼원계 화합물 나노와이어 또는 산화주석 나노와이어와 같은 부산물이 형성될 수 있다.
- [0042] 상기 마그네슘 전구체 분말 및 주석 분말은 혼합된 형태가 아닌 각각 독립된 공간에서 열기화되는 것이 바람직하다. 마그네슘 전구체 분말 및 주석 분말을 혼합하여 함께 열기화시키는 경우에는 주석이 도핑된 산화마그네슘 나노와이어가 성장될 가능성이 높다.
- [0043] 본 발명에 따른 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 800 - 1000 ℃에서 합성되는 것이 바람직하다. 이때, 본 발명에 따른 나노와이어의 합성온도가 800 ℃ 미만인 경우에는 아일랜드(island)의 형태로 핵만 생성될 뿐 나노와이어가 성장하지 못하는 문제가 있다. 또한, 상기 나노와이어의 합성온도가 1000 ℃를 초과하는 경우에는 나노와이어가 아닌 박막이 형성되거나 나노와이어의 길이가 짧아지는 문제가 있다.

- [0044] 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.
- [0045] <실시예 1> 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 제조
- [0046] 단계 1 : 금속촉매가 증착된 기판을 제조하는 단계
- [0047] 5 in.의 p형 실리콘 기판을 1.5 cm × 1.5 cm 로 잘라 준비하였다.
- [0048] 직류 스퍼터 장비를 사용하여 상기 실리콘 기판 상부에 금을 4 nm 두께로 증착하였다.
- [0049] 단계 2 : 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어를 성장시키는 단계
- [0050] 질화마그네슘 분말 및 주석 분말은 각각 길이가 4 cm이고 직경이 1.5 cm인 두 개의 알루미늄나 보트에 실려 쿼츠 튜브의 제1영역에 위치하였고, 상기 금이 증착된 실리콘 기판은 하류 방향으로 상기 알루미늄나 보트로부터 약 12 cm 떨어진 곳에 위치하여 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 성장기판으로 사용되었다. 로터리 펌프를 사용하여 상기 튜브 내부를 1 torr로 유지시켰다.
- [0051] 이때, 로는 질소(이때, 질소가스의 유량은 300 sccm 이다.)분위기에서 900 °C로 가열되었다. 상기 로가 900 °C로 유지된 이후에, 질소가스 및 산소가스를 300 sccm 및 10 sccm의 유량으로 공급하여 열기화를 1 시간 동안 진행한 후, 상온으로 냉각시켜 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어를 제조하였다.
- [0052] <비교예 1> 산화마그네슘 나노와이어의 제조
- [0053] 상기 실시예 1 중 단계 2에서 주석 분말을 사용하지 않은 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 산화마그네슘 나노와이어를 제조하였다.
- [0054] <실험예 1> 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 구조 분석
- [0055] 본 발명에 따른 실시예 1에서 제조된 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 구조를 분석하기 위하여, 주사전자현미경을 이용하여 분석하였고, 그 결과를 도 2에 나타내었다.
- [0056] 도 2를 참조하면, 실시예 1에서 제조된 나노와이어는 직선형 또는 구불구불한 형태임을 알 수 있고, 직경은 100 - 300 nm 이고, 길이는 수 백 μ m임을 알 수 있다.
- [0057] <실험예 2> 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 성분 분석
- [0058] 본 발명에 따른 실시예 1에서 제조된 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 성분을 분석하기 위하여, 투과전자현미경 및 에너지 분산형 X선 측정기를 이용하여 분석하였고, 그 결과를 도 3에 나타내었다.
- [0059] 도 3(a) 및 도 3(c)는 실시예 1에서 제조된 나노와이어를 투과전자현미경으로 촬영한 사진이고, 도 3(b)는 실시예 1에서 제조된 나노와이어의 끝 부분을 에너지 분산형 X선 측정기를 이용하여 분석한 결과이고, 도 3(d)는 실시예 1에서 제조된 나노와이어를 구성하는 두 부분을 에너지 분산형 X선 측정기를 이용하여 분석한 결과이다.
- [0060] 도 3(a) 및 도 3(b)을 참조하면, 실시예 1에서 제조된 나노와이어의 끝에 구형의 입자가 존재함을 알 수 있다. 상기 구형의 입자는 주석뿐만 아니라 마그네슘 및 산소를 포함하는 것을 알 수 있다.
- [0061] 도 3(c) 및 도 3(d)을 참조하면, 실시예 1에서 제조된 나노와이어는 전체적으로 볼 때 상부 및 하부의 명암차가 뚜렷함을 나타내었다. 상기 두 부분의 경계면은 일직선으로 일정함을 나타내었다. 상기 실시예 1에서 제조된 나노와이어의 상대적으로 밝은 부분은(마그네슘주석산화물) 마그네슘, 주석, 및 산소를 포함하며, 마그네슘 및 주석의 총 원자%는 산소의 원자%와 거의 1:1의 비율을 나타내었다. 반면에, 실시예 1에서 제조된 나노와이어의

상대적으로 어두운 부분(산화마그네슘) 주석을 포함하지 않으며, 마그네슘 및 산소의 각각의 원자%는 약 5:4의 비율을 나타내었다. 또한, 산화마그네슘 나노와이어의 단면 길이는 110 nm를 나타내었고, 마그네슘주석산화물 나노와이어의 단면 길이는 160 nm를 나타내었다.

[0062] 이로부터, 본 발명에 따른 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 마그네슘주석산화물 나노와이어가 산화마그네슘 나노와이어에 평행한 방향으로 표면에 부착되어 잘 형성되었음을 알 수 있다.

[0063] <실험예 3> 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 결정구조 분석

[0064] 본 발명에 따른 실시예 1에서 제조된 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 결정구조를 분석하기 위하여, X선 회절 분석기를 이용하여 분석하였고, 그 결과를 도 4에 나타내었다.

[0065] 도 4를 참조하면, 실시예 1에서 제조된 나노와이어는 산화마그네슘만의 구조에서는 산화마그네슘 및 이산화마그네슘에 대한 피크가 주를 이루는 반면에, 마그네슘주석산화물 구조에서는 마그네슘오소스테네이트(Mg_2SnO_4), 이산화마그네슘, 산화마그네슘 및 산화주석에 대한 피크들이 모두 나타내었다.

[0066] <실험예 4> 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 내부 및 표면 형태 분석

[0067] 본 발명에 따른 실시예 1에서 제조된 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 내부 및 표면 형태를 분석하기 위하여 고분해능투과전자현미경(HR-TEM)을 이용하여 분석하였고, 그 결과를 도 5에 나타내었다.

[0068] 도 5를 참조하면, 실시예 1에서 제조된 나노와이어는 두 부분의 경계면이 구부러져 있음을 알 수 있다. 두 부분의 에피텍셜 관계는 산화마그네슘(220)면과 마그네슘주석산화물(220)면이 서로 평행함을 나타내었고, 이러한 정합관계는 두 부분 사이에 원자상수(마그네슘의 원자반지름:150 pm, 주석의 원자반지름:140.5 pm)가 약간 차이가 난다 하더라도 유지됨을 나타내었다. 또한, 원형의 회절패턴이 관측되지 않는 것으로 미루어 볼 때, 두 부분의 회절패턴은 단결정임을 알 수 있다. 산화마그네슘 및 마그네슘주석산화물의 정대축의 방향은 $[-111]$ 방향이다. 두 부분의 다른 구조는 $[220]$ 방향을 따라 성장하고, 두 부분의 에피텍셜 관계는 산화마그네슘(220)과 마그네슘주석산화물 (220)면이다. 이때, 두 면의 면간간격은 면심입방구조인 산화마그네슘의 $\{220\}$ 에 해당하는 0.15 nm 임을 나타내었다.

[0069] 이로부터, 본 발명에 따른 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 산화마그네슘 및 마그네슘주석산화물의 각 부분이 구조적으로 정합관계에 있음을 알 수 있고, 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 모두 결함이 없이 단결정으로 이루어진 것을 알 수 있다.

[0070] <실험예 5> 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어의 광특성 분석

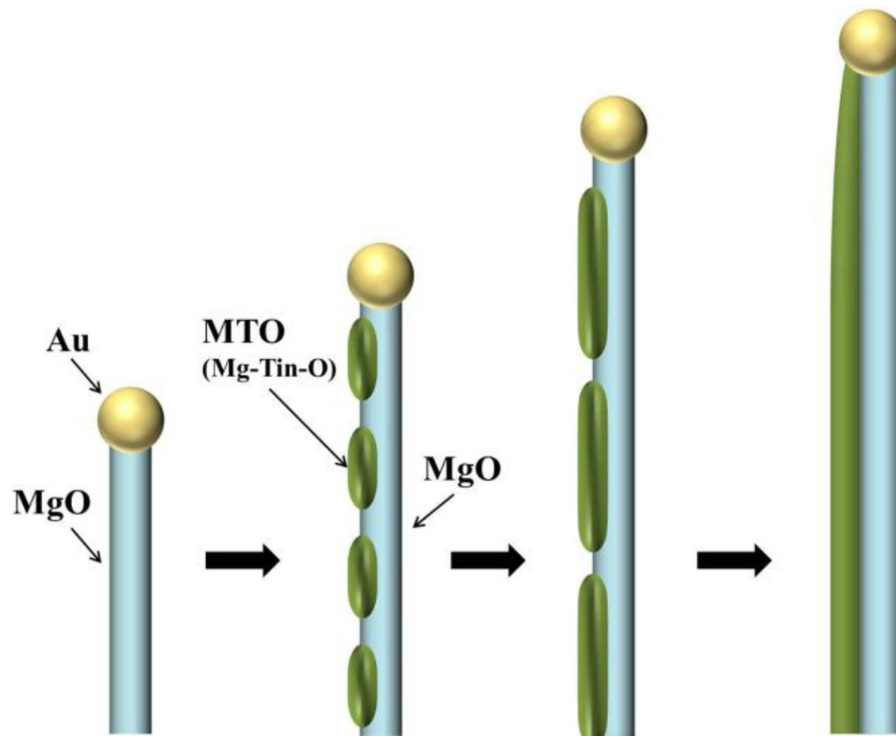
[0071] 본 발명에 따른 실시예 1에서 제조된 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어 및 비교예 1의 산화마그네슘 나노와이어의 광특성을 분석하기 위하여, 발광측정시스템을 이용하여 분석하였고 그 결과로도 6에 나타내었다.

[0072] 도 6을 참고하면, 비교예 1의 산화마그네슘 나노와이어는 510 nm의 파장대에서 상대적으로 약하고 넓은 발광특성을 나타낸다. 반면에, 실시예 1의 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 440 nm의 청색-보라색 영역에서 발광특성이 강하게 나타내어 상기 비교예 1의 산화마그네슘 나노와이어에 비해 약 6배 이상 향상되었음을 알 수 있다.

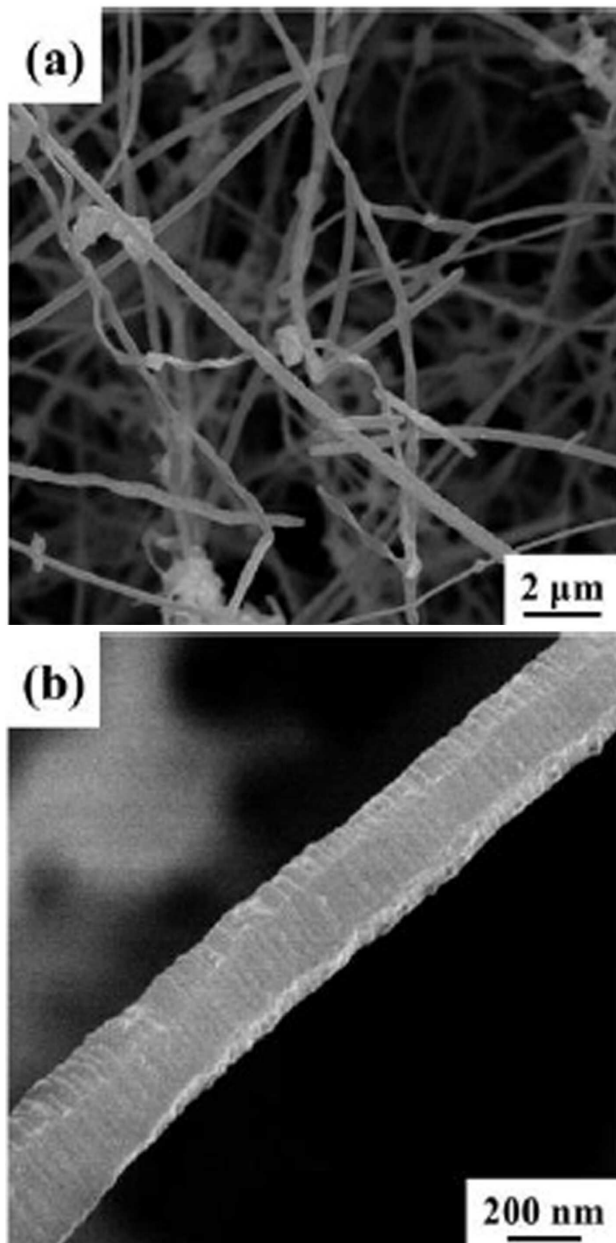
[0073] 이로부터, 본 발명에 따른 이층 구조를 갖는 산화마그네슘/마그네슘주석산화물 나노와이어는 청색 영역에서의 광특성이 우수함을 알 수 있다.

도면

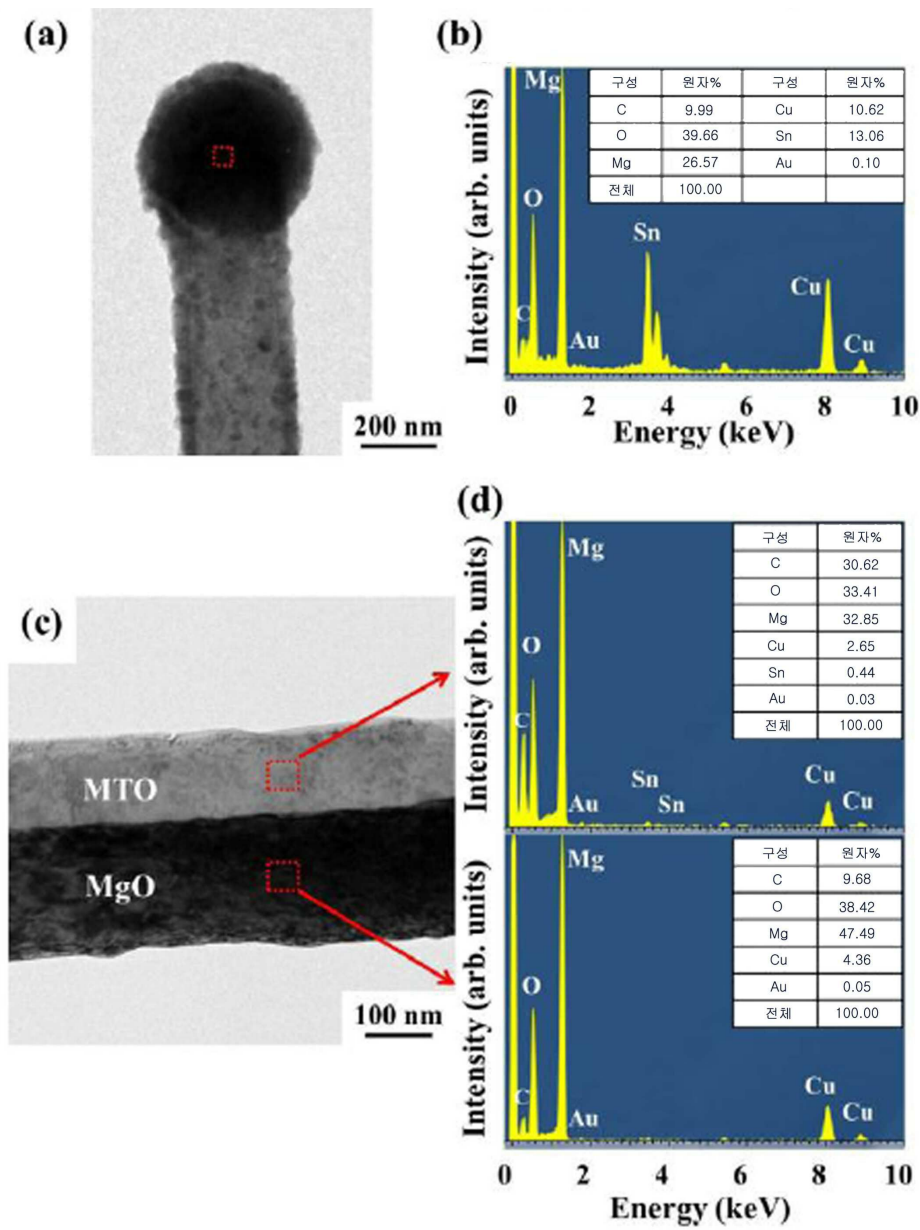
도면1



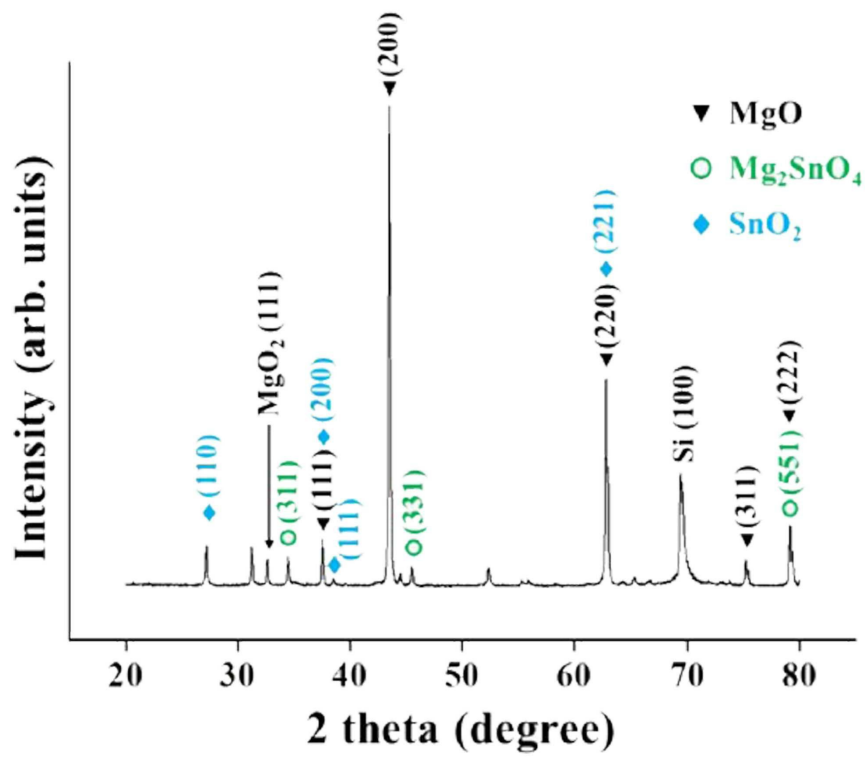
도면2



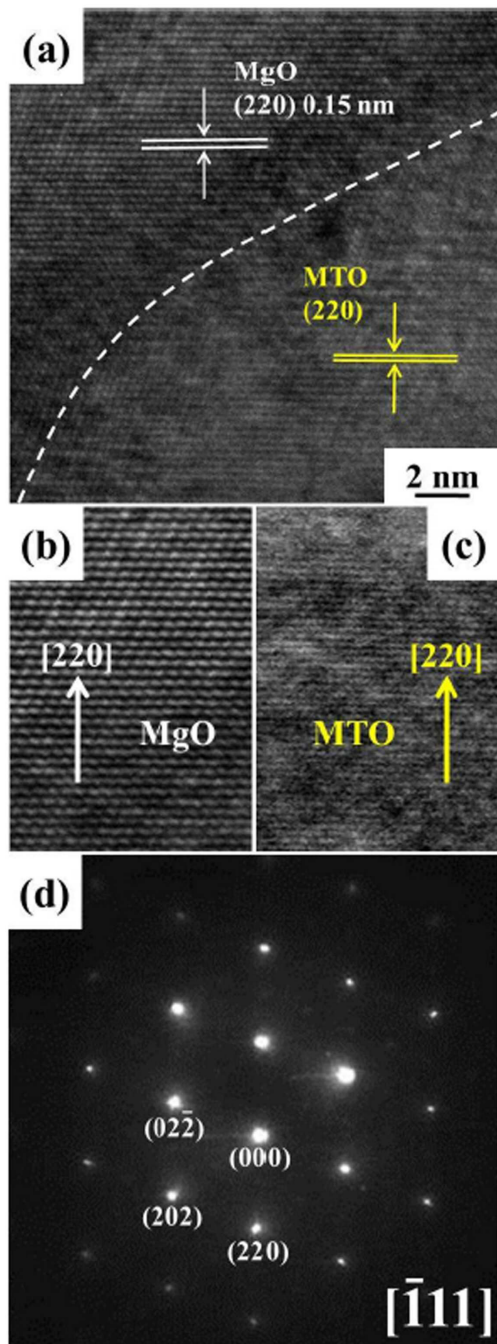
도면3



도면4



도면5



도면6

