(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0106969
(43) 공개일자 2023년07월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09K 11/02 (2006.01) *C09K 11/58* (2006.01)
C09K 11/88 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C09K 11/02 (2013.01)
C09K 11/58 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-0002777
(22) 출원일자 2022년01월07일
심사청구일자 2022년01월07일

(71) 출원인
고려대학교 산학협력단
서울특별시 성북구 안암로 145, 고려대학교 (안암동5가)
(72) 발명자
정광섭
서울시 성동구 행당로 79, 118동 1203호(행당동대림아파트)
김가현
경기 안양시 만안구 경수대로1394번길 12, 103동 802호(힐스테이트 석수)
(74) 대리인
파도특허법인유한회사

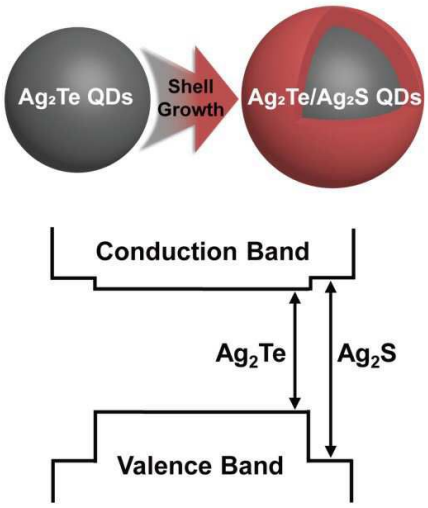
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 **확장된 단적외선 영역에서 광발광 특성을 가지는 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자 및 이의 제조방법**

(57) 요 약

본 발명은 텔루륨화은 코어; 및 황화은 쉘을 포함하는 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자 및 이를 제조하는 방법에 관한 것으로, 본 발명에 따른 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자는 확장된 단적외선 영역에서 광발광 특성을 가지는 것을 특징으로 한다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C09K 11/588 (2013.01)
C09K 11/88 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1345327096
과제번호 2018R1D1A1A02085371
부처명 교육부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 개인기초연구(교육부)(R&D)
연구과제명 용액형 다진수 양자 메모리
기 여 율 70/100
과제수행기관명 고려대학교
연구기간 2020.11.01 ~ 2021.10.31
이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711140462
과제번호 2021R1A2C2092053
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 개인기초연구(과기정통부)(R&D)
연구과제명 인공원자 양자 플라즈몬
기 여 율 20/100
과제수행기관명 고려대학교
연구기간 2021.09.01 ~ 2022.02.28
이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711130784
과제번호 2019M3D1A1078299
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 미래소재디스커버리지원(R&D)
연구과제명 공유결합성 인공원자 합성 및 응용
기 여 율 10/100
과제수행기관명 성균관대학교
연구기간 2021.01.01 ~ 2021.12.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

텔루륨화은 코어; 및

황화은 쉘을 포함하는 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자는 근적외선, 단적외선 또는 중적외선을 포함하는 확장된 단적외선(Extended SWIR) 영역에서 광발광 특성을 가지는 것을 특징으로 하는, 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 확장된 단적외선(Extended SWIR) 영역은 1.2 ㎛ 내지 3 ㎛인 것을 특징으로 하는, 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 평균 직경은 1 nm 내지 25 nm인 것을 특징으로 하는, 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자.

청구항 5

(a) 은 전구체를 포함하는 용액에 텔루륨 전구체를 주입하여 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정을 제조하는 단계; 및

(b) 상기 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정 상에 황화은 쉘을 성장시키는 단계를 포함하는

코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 제조방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 (a) 단계에서 은 전구체를 포함하는 용액에 티올 화합물을 추가한 것을 특징으로 하는, 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 제조방법.

청구항 7

제5항에 있어서,

상기 (a) 단계에서 은 전구체를 포함하는 용액의 온도는 70℃ 내지 150℃인 것을 특징으로 하는, 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 제조방법.

청구항 8

제5항에 있어서,

상기 (a) 단계에서 텔루륨 전구체의 주입은 1 분 내지 60 분 동안 수행되는 것을 특징으로 하는, 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 제조방법.

청구항 9

제5항에 있어서,

상기 (a) 단계에서 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정에 있어서, Ag 및 Te의 몰비는 2 초과 내지 5 이하인 것을 특징으로 하는, 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 제조방법.

청구항 10

제5항에 있어서,

상기 (b) 단계에서 성장은 연속 이온 층 흡착 및 반응(SILAR) 방법을 통해 수행되는 것을 특징으로 하는, 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 제조방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 확장된 단적외선 영역에서 광발광 특성을 가지는 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] 은 칼코겐화물은 뛰어난 전기적 특성, 낮은 열전도도 및 환경 조건에 민감한 결정 구조로 인해 메모리와 같은 다양한 응용 분야에서 큰 관심을 끌고 있다. 이러한 독특한 특징은 나노결정에 흥미롭게 반영된다. 예를 들어, 온도 및 압력에 따라 텔루륨화은 나노결정은 결정 구조를 변경하여 결국 반도체에서 초이온 전도체로 상전이된다.

[0004] 텔루륨화은 나노결정에 대한 많은 연구가 수행되었지만, 중요한 매개 변수 중 하나인 벌크 밴드갭 에너지를 포함한 기본 특성은 명확하게 결정되지 않았다. 단사정계 α-Ag_2Te 구조를 가진 텔루륨화은 나노결정이 보고된바 있고, 이는 근적외선(NIR) 범위(약 1.2 ㎛)에서 여기자 피크를 명확히 가지고 있다. 또한, 텔루륨화은 나노결정은 NIR 범위에서 흡수가 보고된바 있고, 이는 145℃ 이하에서만 단사정계 β상(~ 0.67 eV의 에너지 갭)이며, 145 ℃에서 면심 입방 구조(α-Ag_2Te 구조)로 변환한다.

[0005] 한편, 양자점 구속 효과를 나타내는 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정이 보고된바 있고, 양이온 교환된 나노결정은 NIR 범위(약 1.1 ㎛)에서 광발광(PL)을 나타내는 CdTe 콜로이드 양자점 나노결정으로부터 양이온 교환 방법을 통해 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정을 합성하였다는 내용 역시 보고된바 있다. 그밖에, NIR 범위에서 광학적 특징을 보여주는 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정이 보고된바 있다.

[0006] 그러나, 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정의 파장은 NIR 범위로 제한되었고, 2.7 ㎛로 결코 확장되지 않았다. 심부-조직 이미징, 무인 차량에서 장거리 통신 및 대기 윈도우를 통한 원격 통신을 구현하려면 그 파장을 단적외선(SWIR) 범위로 확장할 필요가 있다.

[0007] NIR 및 SWIR 범위에서, HgSe, HgS, HgTe, PbSe 및 PbS와 같은 다양한 콜로이드 양자점 나노결정은 뛰어난 광학적 및 전기적 특성으로 인해 지난 10년 동안 집중적으로 연구되어 왔다. 그러한 나노결정들은 바이오요법 또는 바이오이미징 응용에서 매우 유망하지만, 독성이 높은 한계가 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 본 발명은 텔루륨화은 코어; 및 황화은 쉘을 포함하는 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자 등을 제공하고자 한다.

[0010] 그러나, 본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제는 이상에서 언급한 과제에 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

[0012] 본 발명은 텔루륨화은 코어; 및 황화은 쉘을 포함하는 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자를 제공한다.

[0013] 상기 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자는 근적외선, 단적외선 또는 중적외선을 포함하는 확장된 단적외선(Extended SWIR) 영역에서 광발광 특성을 가질 수 있다.

[0014] 상기 확장된 단적외선(Extended SWIR) 영역은 1.2 ㎛ 내지 3 ㎛일 수 있다.

[0015] 상기 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 평균 직경은 1 nm 내지 25 nm일 수 있다.

[0016] 본 발명의 일 구현예로, (a) 은 전구체를 포함하는 용액에 텔루륨 전구체를 주입하여 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정을 제조하는 단계; 및 (b) 상기 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정 상에 황화은 쉘을 성장시키는 단계를 포함하는 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 제조방법을 제공한다.

[0017] 상기 (a) 단계에서 은 전구체를 포함하는 용액에 티올 화합물을 추가할 수 있다.

[0018] 상기 (a) 단계에서 은 전구체를 포함하는 용액의 온도는 70℃ 내지 150℃일 수 있다.

[0019] 상기 (a) 단계에서 텔루륨 전구체의 주입은 1 분 내지 60 분 동안 수행될 수 있다.

[0020] 상기 (a) 단계에서 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정에 있어서, Ag 및 Te의 몰비는 2 초과 내지 5 이하일 수 있다.

[0021] 상기 (b) 단계에서 성장은 연속 이온 층 흡착 및 반응(SILAR) 방법을 통해 수행될 수 있다.

발명의 효과

[0023] 본 발명은 텔루륨화은 코어; 및 황화은 쉘을 포함하는 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자 및 이를 제조하는 방법에 관한 것으로, 본 발명에 따른 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자는 확장된 단적외선 영역(특히, 1.2 ㎛ 내지 3 ㎛)에서 광발광 특성을 가지는 것을 특징으로 한다.

[0024] 특히, 비화학양론적 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정을 사용함에 따라, 광발광 특성을 보이는 Extended-SWIR 영역을 다양하게 조절할 수 있으며, 표면을 안정화시킬 수 있다. 또한, 황화은 쉘로 인하여 광발광 강도를 향상시킬 수 있을 뿐만 아니라, 구조적 강성을 향상시켜 전자빔 하에 결정형태 변형을 방지할 수 있는 이점이 있다.

[0025] 따라서, 본 발명에 따른 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자는 저독성으로서, 제작 단가가 낮은 이점을 가지고, Extended-SWIR 영역에서 뛰어난 광발광 특성 및 우수한 공기 안정성을 가지는바, 과학적, 군사적 및 산업적으로 다양하게 활용될 수 있을 것으로 기대된다.

도면의 간단한 설명

[0027] 도 1은 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정에 황화은 쉘 성장을 통한 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 제조와, 텔루륨화은 및 황화은의 상대적인 에너지 밴드갭을 개략적으로 나타낸 것이다.

도 2는 $Ag_{2.7}Te$ 콜로이드 양자점 나노결정 및 $Ag_{3.7}Te$ 콜로이드 양자점 나노결정에 있어서, Ag 및 Te의 몰비를 나타낸 것이다.

도 3은 $Ag_{2.7}Te$, Ag_2Te/Ag_2S 및 $Ag_{3.7}Te$의 X선 회절(XRD) 패턴을 나타낸 것이다.

도 4(A) 및 (B)는 $Ag_{2.7}Te$ 및 이를 이용한 Ag_2Te/Ag_2S의 고해상도 투과 전자 현미경(TEM) 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 5(A) 내지 (E)는 $Ag_{2.7}Te$ 및 이를 이용한 Ag_2Te/Ag_2S를 대상으로 한 Extended SWIR 영역에서 흡광 및 발광 특성을 나타낸 것이고, 도 5(F) 내지 (H)는 $Ag_{3.7}Te$ 및 이를 70일 동안 대기 조건 하에 보관한 상태에서 Extended SWIR 영역에서 흡광 및 발광 특성을 나타낸 것이다.

도 6(A) 내지 (C)는 $Ag_xTe(x > 2)$에 대한 와이드 스캔, Ag 3d 스캔 및 Te 3d 스캔 XPS 스펙트럼을 나타낸 것이고, 도 6(D) 및 (E)는 $Ag_xTe(x > 2)$를 이용한 Ag_2Te/Ag_2S에 대한 Ag 3d 스캔 및 Te 3d 스캔 XPS 스펙트럼을 나타낸 것이다. 또한, 도 6(F)는 $Ag_{2.7}Te$ 및 이를 이용한 Ag_2Te/Ag_2S에 대한 S 2p 스캔 XPS 스펙트럼을 나타낸 것이며, 도 6(G) 및 (H)는 $Ag_{3.7}Te$ 및 이를 이용한 Ag_2Te/Ag_2S에 대한 S 2p 스캔 XPS 스펙트럼을 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0028] 앞서 언급한 한계점을 극복하고자, 본 발명자들은 저독성이면서, 광발광 특성을 가지는 파장 범위를 확장하기 위해 노력하던 중, 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정 상에 황화은 쉘을 성장시켜 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자를 제조하였고, 이는 확장된 단적외선 영역에서 광발광 특성을 가짐을 확인하고 본 발명을 완성하였다.

[0030] 본 명세서에서 "확장된 단적외선(Extended SWIR) 영역"이라 함은 근적외선, 단적외선 또는 중적외선을 포함하는 개념으로 볼 수 있다. 특히, "확장된 단적외선 영역에서 광발광 특성을 가진다"고 함은 1.2 ㎛ ~ 3 ㎛인 범위 내에서 광발광(PL)을 나타내는 것을 광범위하게 의미한다.

[0032] 도 1은 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정에 황화은 쉘 성장을 통한 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 제조와, 텔루륨화은 및 황화은의 상대적인 에너지 밴드갭을 개략적으로 나타낸 것이다.

[0033] 도 1에 나타난 바와 같이, 칼코겐화물의 전기음성도로 인해, 황화은의 원자가 밴드(Valence Band)는 텔루륨화은보다 낮으면서, 황화은의 전도 밴드(Conduction Band)는 텔루륨화은 보다 높은 것으로 확인된다. 즉, 황화은의 경우, 텔루륨화은에 비해 에너지 밴드 갭이 크다고 볼 수 있다. 따라서, 본 발명에 따른 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자는 황화은 쉘로 인하여 단적외선 영역뿐만 아니라, 중적외선 영역까지 확장하여 광발광 특성을 가질 수 있다.

[0035] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

[0037] 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자

[0039] 본 발명은 텔루륨화은 코어; 및 황화은 쉘을 포함하는 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자를 제공한다.

[0041] 먼저, 본 발명에 따른 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자는 텔루륨화은 코어를 포함하는데, 상기 텔루륨화은 코어는 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정이라고도 하며, 후술하는 바와 같이, 은 전구체를 포함하는 용액에 텔루륨 전구체를 주입하여 제조될 수 있다.

[0042] 상기 텔루륨화은 코어에 있어서, Ag 및 Te의 몰비는 비화학량론적일 수 있는데, 이때, Ag 및 Te의 몰비는 2 초과 내지 5 이하일 수 있다. Ag 및 Te의 몰비를 제어함으로써, 광발광 특성을 보이는 Extended-SWIR 영역을 다양하게 조절할 수 있다. 또한, Ag 및 Te의 몰비가 커짐에 따라, 과잉의 Ag이 나노결정의 산화를 방지하는 희생 원자로 작용하여 우수한 공기 안정성을 가질 수 있다. 다만, Ag 및 Te의 몰비가 너무 커지게 되면, Te의 양이 추가 성장에 충분하지 못하는 한계가 있다.

[0044] 다음으로, 본 발명에 따른 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자는 황화은 쉘을 포함하는데, 이는 상기 텔루륨화은 코어 상에 성장시킨 것이다. 상기 황화은 쉘로 인하여 광발광 강도를 향상시킬 수 있을 뿐만 아니라, 구조적 강성을 향상시켜 전자빔 하에 결정형태 변형을 방지할 수 있는 이점이 있다. 후술하는 바와 같이, 연속 이온 층 흡착 및 반응(SILAR) 방법을 통해 성장시킬 수 있다.

[0046] 상기 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 평균 직경은 1 nm 내지 25 nm일 수 있다. 상기 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 평균 직경은 α-Ag_2Te의 보어 반지름이 5.8 nm 내지 11.5 nm인 것에 기반하여 설정된 범위인 것으로, 은 전구체를 포함하는 용액에 텔루륨 전구체를 주입하는 시간, 즉, 반응 시간이 길어짐에 따라 상기 텔루륨화은 코어와, 상기 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 평균 직경은 커지게 되고, 방출 주파수는 적색 편이될 수 있다.

[0048] 상기 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자는 근적외선, 단적외선 또는 중적외선을 포함하는 확장된 단적외선(Extended SWIR) 영역에서 광발광 특성을 가질 수 있는데, 특히, 광발광 특성을 가지는 Extended SWIR 영역은 1.2 ㎛ 내지 3 ㎛일 수 있다. 광발광 특성을 보이는 Extended-SWIR 영역은 은 전구체 및 텔루륨 전구체의 몰비와, 이들간 반응 시간에 따라 다양하게 조절될 수 있다.

[0050] 따라서, 본 발명에 따른 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자는 저독성으로서, 제작 단가가 낮은 이점을 가지고, Extended-SWIR 영역에서 뛰어난 광발광 특성 및 우수한 공기 안정성을 가지는바, 과학적, 군사적 및 산업적으로 다양하게 활용될 수 있을 것으로 기대된다.

[0052] 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 제조방법

[0054] 본 발명은 (a) 은 전구체를 포함하는 용액에 텔루륨 전구체를 주입하여 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정을 제조하는 단계; 및 (b) 상기 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정 상에 황화은 쉘을 성장시키는 단계를 포함하는 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 제조방법을 제공한다.

[0056] 먼저, 본 발명에 따른 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 제조방법은 은 전구체를 포함하는 용액에 텔루륨 전구체를 주입하여 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정을 제조하는 단계[(a) 단계]를 포함한다.

[0057] 구체적으로, 상기 은 전구체는 은 아세테이트(Silver acetate), 은 헥사플로로포스페이트(Silver hexafluorophosphate), 은오데카노에이트(Silver neodecanoate), 은 나이트레이트(Silver nitrate), 은 트리플로로메탄설포네이트(Silver trifluoromethanesulfonate), 은 카보네이트(Silver carbonate), 은 클로라이드(Silver chloride), 은 과염소산염(Silver perchlorate), 은 테트라플로로보라이트(Silver tetrafluoroborate), 은 트리플로로아세테이트(Silver trifluoroacetate), 은 2-에틸헥사노에이트(Silver 2-ethylhexanoate), 은 플루오라이드(Silver fluoride), 과염소산은수화물(Silver perchlorate hydrate), 은 락테이트(Silver lactate), 은 아세틸아세토네이트(Silver acetylacetonate), 은 메탄설포네이트(Silver

methanesulfonate), 은 헵타플로로부티레이트(Silver heptafluorobutyrate), 은 클로레이트(Silver chlorate), 은 펩타플로로프로피오네이트(Silver pentafluoropropionate) 및 은 불화수소(Silver hydrogenfluoride)로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상인 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 본 발명의 구체적인 실시예에서는 은 전구체로서, 은 아세테이트를 사용하였다.

[0058] 또한, 상기 텔루륨 전구체는 소수성 리간드-텔루륨일 수 있고, 이때, 소수성 리간드는 트리옥틸포스핀(trioctylphosphine), 올레일아민(oleylamine), 도데칸싸이올(dodecanthiol), 트리옥틸포스핀 옥사이드(trioctylphosphine oxide), 테트라옥틸암모늄 브로마이드(tetraoctylammonium bromide), 트리페닐포스핀(triphenylphosphine) 및 올레익에시드(oleic acid)로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상인 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 본 발명의 구체적인 실시예에서는 텔루륨 전구체로서, 트리옥틸포스핀-텔루륨을 사용하였다.

[0059] 상기 은 전구체 및 상기 텔루륨 전구체의 몰비를 제어함으로써, 광발광 특성을 보이는 Extended-SWIR 영역을 다양하게 조절할 수 있다. 상기 은 전구체 및 상기 텔루륨 전구체의 몰비는 1 이상일 수 있고, 1.3 내지 2.0인 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 상기 은 전구체 및 상기 텔루륨 전구체의 몰비가 커짐에 따라, 과잉의 Ag이 나노결정의 산화를 방지하는 희생 원자로 작용하여 우수한 공기 안정성을 가질 수 있다. 다만, 상기 은 전구체 및 상기 텔루륨 전구체의 몰비가 너무 커지게 되면, 텔루륨 전구체의 양이 추가 성장에 충분하지 못하는 한계가 있다.

[0060] 상기 은 전구체를 포함하는 용액에 티올 화합물을 추가할 수 있는데, 이러한 티올 화합물의 추가로 인해 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정을 비화학양론적으로 제어할 수 있다. 상기 티올 화합물은 부탄티올, 펜탄티올, 헥산티올, 헵탄티올, 옥탄티올, 데칸티올, 도데칸티올, 1,2-에탄디티올, 1,3-프로판디티올 및 1,4-부탄디티올로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상인 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 본 발명의 구체적인 실시예에서는 티올 화합물로서, 1-도데칸티올을 사용하였다.

[0061] 상기 은 전구체를 포함하는 용액은 고온을 유지할 필요가 있는데, 그 온도는 70℃ 내지 150℃일 수 있고, 110℃ 내지 150℃인 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다.

[0062] 상기 텔루륨 전구체의 주입은 1 분 내지 60 분 동안 수행될 수 있고, 1분 내지 30분 동안 수행되는 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 이러한 반응 시간이 길어짐에 따라, 상기 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정의 직경은 커지게 되고, 방출 주파수는 적색 편이될 수 있다.

[0063] 이로써, 상기 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정에 있어서, Ag 및 Te의 몰비는 비화학량론적일 수 있는데, 이때, Ag 및 Te의 몰비는 2 초과 내지 5 이하일 수 있다. Ag 및 Te의 몰비를 제어함으로써, 광발광 특성을 보이는 Extended-SWIR 영역을 다양하게 조절할 수 있다. 또한, Ag 및 Te의 몰비가 커짐에 따라, 과잉의 Ag이 나노결정의 산화를 방지하는 희생 원자로 작용하여 우수한 공기 안정성을 가질 수 있다. 다만, Ag 및 Te의 몰비가 너무 커지게 되면, Te의 양이 추가 성장에 충분하지 못하는 한계가 있다.

[0065] 다음으로, 본 발명에 따른 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 제조방법은 상기 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정 상에 황화은 쉘을 성장시키는 단계[(b) 단계]를 포함한다.

[0066] 상기 성장은 연속 이온 층 흡착 및 반응(SILAR) 방법을 통해 수행될 수 있다. 상기 연속 이온 층 흡착 및 반응 방법은 반복적인 양이온 및 음이온 성막 사이클을 반복하여 구조적 필름을 성장하는 방법으로, 별도의 은 전구체 및 황 전구체 용액을 교대로 첨가함으로써 수행될 수 있다.

[0067] 상기 별도의 은 전구체에 대해서는 앞서 (a) 단계에서 사용한 은 전구체와 동일하므로, 중복 설명을 생략하기로 한다. 또한, 상기 황 전구체는 소수성 리간드-황일 수 있고, 이때, 소수성 리간드는 올레일아민(oleylamine), 트리옥틸포스핀(trioctylphosphine), 도데칸싸이올(dodecanthiol), 트리옥틸포스핀 옥사이드(trioctylphosphine oxide), 테트라옥틸암모늄 브로마이드(tetraoctylammonium bromide), 트리페닐포스핀(triphenylphosphine) 및 올레익에시드(oleic acid)로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상인 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않는다. 본 발명의 구체적인 실시예에서는 황 전구체로서, 올레일아민-황을 사용하였다.

[0068] 한편, 상기 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정에 있어서(예컨대, Ag 및 Te의 몰비가 3 이상 내지 5 이하로 높은 경우에는), 상기 연속 이온 층 흡착 및 반응 방법을 적용하지 않고도, 상기 텔루륨화은 콜로이드 양자점 나노결정의 제조후 남은 과잉의 Ag이 티올 화합물과 반응하여 황화은 쉘을 일부 성장시킬 수 있다.

[0069] 상기 황화은 쉘로 인하여 광발광 강도를 향상시킬 수 있을 뿐만 아니라, 구조적 강성을 향상시켜 전자빔 하에 결정형태 변형을 방지할 수 있는 이점이 있다.

[0071] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예를 제시한다. 그러나 하기의 실시예는 본 발명을 보다 쉽게 이해하기 위하여 제공되는 것일 뿐, 하기 실시예에 의해 본 발명의 내용이 한정되는 것은 아니다.

[0073] **[실시예]**

[0074] **실시예 1: $Ag_{2.7}Te$를 이용한 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 합성**

[0075] **(1) $Ag_{2.7}Te$ 콜로이드 양자점 나노결정의 합성**

[0076] 은 아세테이트(AgAc; Sigma-Aldrich, 99%), 텔루륨 분말(Alfa Aesar, 200 mesh, 99.5%), 1-도데칸티올(DDT; Sigma-Aldrich, ≥98%), 트리옥틸포스핀(TOP; Sigma-Aldrich, tech. grad. 90%), 황 분말(Sigma-Aldrich, ≥ 99.5%), 올레일아민(Sigma-Aldrich, tech. grad. 70%), 클로로포름(대정), 이소프로필알코올(IPA, 대정) 및 에탄올(DUKSAN)을 정제 과정 없이 사용하였다.

[0077] 0.8mmol 은 전구체(은 아세테이트) 및 8mL의 1-도데칸티올을 50mL 3구 플라스크에 넣었다. 용액을 20분 동안 90 ℃에서 ~ 100 mTorr의 진공에서 탈기시켰다. 탈기 후, 플라스크를 아르곤 가스로 퍼징하였다. 온도를 높여 용액을 투명한 노란색으로 변화시켰다. 온도가 130℃에 도달했을 때, 0.6mL의 1M 텔루륨 전구체(트리옥틸포스핀-텔루륨)를 빠르게 주입하였다. 각각의 원하는 반응 시간(3분, 5분, 10분 및 25분) 동안 분취물을 취하고 얼음 수조로 퀀칭하였다. 클로로포름 및 이소프로필 알코올이 포함된 생성물 용액을 원심분리하여 잔류 부산물을 제거함으로써, 비화학량론적 $Ag_{2.7}Te$ 콜로이드 양자점 나노결정을 합성하였다. 이때, $Ag_{2.7}Te$ 콜로이드 양자점 나노결정에 있어서, 은 전구체 및 텔루륨 전구체의 몰비는 약 1.3이고, Ag 및 Te의 몰비는 약 2.7이며, 이는 도 2에 나타내었다. 반응 시간이 3분, 5분, 10분 및 25분인 경우, 순서대로 $Ag_{2.7}Te(1)$, $Ag_{2.7}Te(2)$, $Ag_{2.7}Te(3)$ 및 $Ag_{2.7}Te(4)$로 표시하였다.

[0079] **(2) $Ag_{2.7}Te$를 이용한 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 합성**

[0080] 그 다음, 2mL의 1-도데칸티올에 분산된 10mg의 $Ag_{2.7}Te$ 콜로이드 양자점 나노결정을 50mL의 3구 플라스크에 넣었다. 용액을 30분 동안 45℃에서 진공 하에 탈기시킨 다음, 아르곤 분위기 하에 15분 동안 0.1mL의 0.2M 은 전구체(은 아세테이트) 및 0.1mL의 0.1M 황 전구체(올레일아민-황) 용액을 교대로 첨가하는 연속 이온 층 흡착 및 반응(SILAR) 방법으로 Ag_2S 쉘을 성장시켰다. 클로로포름 및 에탄올이 포함된 생성물 용액을 원심분리하여 잔류 부산물을 제거함으로써, $Ag_{2.7}Te$를 이용한 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자를 합성하였다. $Ag_{2.7}Te$ 콜로이드 양자점 나노결정으로 $Ag_{2.7}Te(1)$, $Ag_{2.7}Te(2)$, $Ag_{2.7}Te(3)$ 및 $Ag_{2.7}Te(4)$를 적용한 경우, 화학양론비를 적용하지 않고, 순서대로 $Ag_2Te/Ag_2S(1)$, $Ag_2Te/Ag_2S(2)$, $Ag_2Te/Ag_2S(3)$ 및 $Ag_2Te/Ag_2S(4)$로 표시하였다.

[0082] **실시예 2: $Ag_{3.7}Te$를 이용한 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 합성**

[0083] **(1) $Ag_{3.7}Te$ 콜로이드 양자점 나노결정의 합성**

[0084] 실시예 1과 동일한 방법으로 수행하되, 은 전구체 및 텔루륨 전구체의 몰비를 달리하여 비화학량론적 $Ag_{3.7}Te$ 콜로이드 양자점 나노결정을 합성하였다. 이때, $Ag_{3.7}Te$ 콜로이드 양자점 나노결정에 있어서, 은 전구체 및 텔루륨 전구체의 몰비는 약 2.0이고, Ag 및 Te의 몰비는 약 3.7이며, 이는 도 2에 나타내었다. 반응 시간이 3분, 5분, 10분 및 25분인 경우, 순서대로 $Ag_{3.7}Te(5)$, $Ag_{3.7}Te(6)$, $Ag_{3.7}Te(7)$ 및 $Ag_{3.7}Te(8)$로 표시하였다.

[0086] **(2) $Ag_{3.7}Te$를 이용한 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 합성**

[0087] 그 다음, 실시예 1과 동일한 방법으로 Ag_2S 쉘을 성장시켜 $Ag_{3.7}Te$를 이용한 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자를 합성하였으며, 순서대로 $Ag_2Te/Ag_2S(5)$, $Ag_2Te/Ag_2S(6)$, $Ag_2Te/Ag_2S(7)$ 및 $Ag_2Te/Ag_2S(8)$로 표시하였다.

[0089] **실험예 1: X선 회절(XRD) 패턴 분석**

[0090] 그라파이트-단색화 Cu Kα(λ = 1.54056 Å)를 사용하여 Rigaku Ultima Ⅲ X선 회절계로 XRD 스펙트럼을 측정하였다. 조사 전력은 30mA에서 40kV였다. 0.01° 샘플링 폭으로 스펙트럼을 수집하였다. X선 회절(XRD) 패턴 분석 결과는 도 3에 나타내었다.

[0092] 도 3에 나타난 바와 같이, $Ag_{2.7}Te(1)$, $Ag_2Te/Ag_2S(1)$ 및 $Ag_{3.7}Te(6)$의 X선 회절(XRD) 패턴은 단사정계 Ag_2Te의 참조 패턴과 일치하였다. 26.4°, 31.2°, 38.8°, 42.1°, 44.8° 및 51.6°의 2Θ 피크는 각각 (202), (012), (311), (021), (204) 및 (122)의 면에 해당하였고, XRD 패턴의 피크 확장은 작은 크기의 나노결정에 기인한 것으로 볼 수 있다.

[0094] **실험예 2: 고해상도 투과 전자 현미경(TEM) 분석**

[0095] 200kV의 가속 전압 및 전자 소스로서 LaB6을 사용하는 Tecnai 20 모델을 사용하여 결정 형태를 관찰하였다. 고해상도 투과 전자 현미경(TEM) 분석 결과는 도 4(A) 및 (B)에 나타내었다.

[0097] 도 4(A)에 나타난 바와 같이, 200kV 전자빔 하에 고해상도 TEM 이미지를 촬영하는 동안 $Ag_{2.7}Te(3)$ 결정 형태의 실시간 변형을 보여주었다. 반면, $Ag_2Te/Ag_2S(3)$ 결정 형태는 매우 견고하여 변형 없이 고해상도 TEM 이미지를 명확하게 얻을 수 있었다. 이러한 결과는 텔루륨 전구체의 반응 시간이 다른 샘플에도 그대로 적용되었다. 따라서, Ag_2S에 의한 쉘 성장이 콜로이드 양자점 나노입자의 구조적 강성을 향상시켜, 본 발명에 따른 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자의 결정 형태가 200kV 전자빔을 비롯한 가혹한 조건에서도 유지될 수 있음을 알 수 있었다. 따라서, 본 발명에 따른 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노입자는 정확한 측정, 고온 하에 추가 쉘 변형 및 거친 환경 조건이 요구되는 응용 분야에 유리하다고 볼 수 있다.

[0098] 도 4(B)에 나타난 바와 같이, $Ag_2Te/Ag_2S(1)$, $Ag_2Te/Ag_2S(2)$, $Ag_2Te/Ag_2S(3)$ 및 $Ag_2Te/Ag_2S(4)$의 평균 직경은 순서대로 5.2 nm(±0.6), 5.5 nm(±0.7), 6.5 nm(±0.8) 및 7.7 nm(±0.6)였다. 즉, 텔루륨 전구체의 반응 시간이 길어짐에 따라, 코어-쉘 구조 콜로이드 양자점 나노결정의 평균 직경은 커지는 것으로 확인된다.

[0100] **실험예 3: 확장된 단파장 적외선(Extended SWIR) 영역에서 흡광 및 발광 특성 분석**

[0101] Nicolet iS10 FT-IR을 사용하여 0.482 cm^{-1}의 분해능으로 푸리에 변환 적외선 흡수 스펙트럼을 측정하였다. 또한, 자체제작한 SWIR 방출 분광계를 사용하여 광발광(PL) 스펙트럼을 측정하였다. 구체적으로, 5ns 폭 및 10Hz 반복률을 갖는 532nm Nd:YAG 펄스 레이저를 여기 소스로서 사용하였다. MCT 검출기를 사용하여 샘플로부터 SWIR 광자를 수집하였다. 유리 기판에 드랍-캐스팅하여 샘플을 준비하거나 PIKE 분리형 액체 셀(ZnSe 윈도우)에서 테트라클로로에틸렌(TCE) 용매로 샘플을 분산시켰다. 확장된 단파장 적외선(Extended SWIR) 영역에서 흡광 및 발광 특성 분석 결과는 도 5(A) 내지 (H)에 나타내었다.

[0103] 먼저, 도 5(A) 내지 (E)는 $Ag_{2.7}Te$ 및 이를 이용한 Ag_2Te/Ag_2S를 대상으로 한 Extended SWIR 영역에서 흡광 및 발광 특성을 나타낸 것이다.

[0104] 도 5(A)에 나타난 바와 같이, $Ag_{2.7}Te(1)$, $Ag_{2.7}Te(2)$, $Ag_{2.7}Te(3)$ 및 $Ag_{2.7}Te(4)$와 같이 텔루륨 전구체의 반응 시

간이 3분에서 25분으로 길어짐에 따라, 나노결정의 평균 직경은 커지고, 방출 주파수는 약 4650 cm^{-1}에서 약 3800 cm^{-1}로 적색 편이되었다. 한편, 텔루륨 전구체의 반응 시간이 과도하게 증가하게 되면, 여기자 특징의 예기치 않은 청색 편이 및 감소된 나노결정 크기를 초래하게 된다. 보다 작은 크기의 나노결정은 분해 숙성에 관여하는 것으로 추정되는데, 이는 큰 나노결정이 용해되어 표면을 식각함으로써 보다 작은 나노결정으로 개질되는 현상이었다.

[0105] 도 5(B)에 나타난 바와 같이, Ag_2Te/Ag_2S(1)은 Ag_2S 쉘로 인하여, $Ag_{2.7}Te$(1)에 비해 광발광 강도가 향상되었고, 전도 밴드에서 전자파 기능의 확장으로 인해 방출 주파수의 적색 편이를 유도하였다.

[0106] 도 5(C)에 나타난 바와 같이, Ag_2Te/Ag_2S(3)의 경우, 밴드갭 흡수 피크의 반값 최대값에서 전체 폭은 ~750cm^{-1}로 계산되었다.

[0107] 도 5(D)에 나타난 바와 같이, Ag_2Te/Ag_2S(4)에서 약 3250 cm^{-1}의 컷오프 특징은 빔 분배기 상에 코팅된 폴리머의 진동 모드에 대한 전자-진동 에너지 전달(또는 근거리 에너지 전달)에 의해 발생하였다. 따라서, 본 발명자들은 광발광(PL) 퀀칭이 무시할 정도로 발생하는 Ag_2Te/Ag_2S(3) 샘플에 대해서만 300 cm^{-1}의 스트로크 이동을 얻을 수 있었다.

[0109] 한편, 도 5(F) 내지 (H)는 $Ag_{3.7}Te$ 및 이를 70일 동안 대기 조건 하에 보관한 상태에서 Extended SWIR 영역에서 흡광 및 발광 특성을 나타낸 것이다.

[0110] 도 5(F)에 나타난 바와 같이, $Ag_{3.7}Te$(5), $Ag_{3.7}Te$(6), $Ag_{3.7}Te$(7) 및 $Ag_{3.7}Te$(8)은 $Ag_{2.7}Te$(1), $Ag_{2.7}Te$(2), $Ag_{2.7}Te$(3) 및 $Ag_{2.7}Te$(4)에 비해, 동일한 방출 주파수에서 광발광(PL) 강도가 현저히 향상되면서, 그 방출 주파수는 4700 cm^{-1} 내지 5500 cm^{-1}로 제한되었다. 이는 은 전구체 및 텔루륨 전구체의 몰비가 약 2로 증가하여 Ag 및 Te의 몰비가 약 3.7로 제어됨에 따른 결과로 볼 수 있다. 한편, 은 전구체 및 텔루륨 전구체의 몰비가 약 2를 초과하게 되면, 텔루륨 전구체의 양이 추가 성장에 충분하지 못하는 한계가 있다. 마찬가지로, 텔루륨 전구체의 반응 시간이 길어짐에 따라, 방출 주파수는 적색 편이되었다.

[0111] 도 5(G)에 나타난 바와 같이, $Ag_{3.7}Te$(6)는 PbSe 콜로이드 양자점 나노입자에 비해, 광발광(PL) 강도가 현저히 향상되었다. 이때, PbSe 콜로이드 양자점 나노입자는 ~30%의 PLQY를 이용한 공지의 방법으로 합성하였다. $Ag_{3.7}Te$(6)는 PbSe 콜로이드 양자점 나노입자 모두 테트라클로로에틸렌(TCE) 용매에 분산된 상태에서, 정량적 비교를 위해 동일한 파장에서 광학 밀도로 광발광(PL)를 보정하였다. 그 결과, $Ag_{3.7}Te$(6)의 통합 광발광(PL) 강도, $\int I(v)dv$는 PbSe 콜로이드 양자점 나노입자에 비해 3의 지수만큼 강한 것으로 확인된다. 종래 문헌에 따르면, 밴드갭이 0.6 eV인 PbSe 콜로이드 양자점 나노입자는 합성 방법 및 리간드 패시베이션에 따라 약 16~30%의 PLQY를 가지며, 이는 $Ag_{3.7}Te$의 PLQY와 비교할 수 있으며, SWIR 응용에 매우 유용하다고 볼 수 있다. PLQY의 추가적인 직접 측정은 절대값을 위해 필요로 한다.

[0112] 도 5(H)에 나타난 바와 같이, $Ag_{3.7}Te$(6)를 n-헥산에 분산시킨 다음, 70일 동안 대기 조건 하에 보관한 상태에서 흡수 및 광발광(PL) 스펙트럼을 측정한 결과, 여전히 높은 강도로 뚜렷한 여기자 특성을 가지는바, 우수한 공기 안정성을 가지는 것으로 확인된다. 이와 같이 우수한 공기 안정성은 $Ag_{3.7}Te$(6)에서 과잉의 Ag이 나노결정의 산화를 방지하는 희생 원자로 작용한 결과로 볼 수 있다.

[0114] **실험예 4: X선 광전자 분광(XPS) 분석**

[0115] 단색화 Al X선 소스(Al Kα 라인: 1486.6 eV)를 사용하는 K-alpha 모델을 사용하여 XPS 스펙트럼을 수집하였다. X선 전력은 12kV 및 3mA였다. 조사 스캔 및 상세 스캔의 단계 크기는 각각 1 및 0.1 eV였다. C 1s(284.8 eV)의 값을 기준으로, 에너지 보정을 수행하였다. X선 광전자 분광(XPS) 분석 결과는 도 6(A) 내지 (H)에 나타내었다.

[0117] 먼저, 도 6(A) 내지 (C)는 $Ag_xTe(x > 2)$에 대한 와이드 스캔, Ag 3d 스캔 및 Te 3d 스캔 XPS 스펙트럼을 나타낸 것이고, 도 6(D) 및 (E)는 $Ag_xTe(x > 2)$를 이용한 Ag_2Te/Ag_2S에 대한 Ag 3d 스캔 및 Te 3d 스캔 XPS 스펙트럼을 나타낸 것이다.

[0118] 도 6(A) 내지 (E)에 나타난 바와 같이, $Ag_xTe(x > 2)$ 및 이를 이용한 Ag_2Te/Ag_2S의 경우, Ag 원자의 $3d_{5/2}$ 및 $3_{d3/2}$ 피크는 각각 368.0 eV 및 374.0 eV에서 관찰되었고, Te 원자의 $3d_{5/2}$ 및 $3d_{3/2}$ 피크는 각각 572.1 및 582.5eV에서 관찰되었다.

[0120] 한편, 도 6(F)는 $Ag_{2.7}Te$ 및 이를 이용한 Ag_2Te/Ag_2S에 대한 S 2p 스캔 XPS 스펙트럼을 나타낸 것이고, 도 6(G) 및 (H)는 $Ag_{3.7}Te$ 및 이를 이용한 Ag_2Te/Ag_2S에 대한 S 2p 스캔 XPS 스펙트럼을 나타낸 것이다.

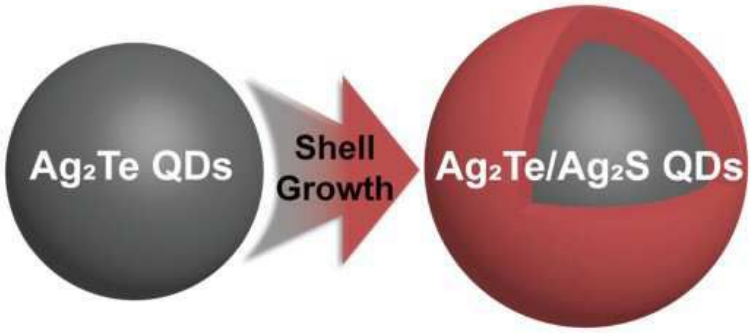
[0121] 도 6(F)에 나타난 바와 같이, 178 eV 내지 156 eV의 XPS 스펙트럼에서 $Ag_{2.7}Te$ 및 Ag_2Te/Ag_2S 모두 S 원자의 피크가 확인되었다. $Ag_{2.7}Te$의 경우, 168.7 eV에서 단일 피크가 확인되었는데, 이는 SO_x 결합 에너지로서, 1-도데칸티올로 인한 것으로, 표면에 황산염 착물의 존재를 의미하였다. 전기 음성도가 큰 산소의 존재는 전자 밀도에서 황을 결핍시키기 때문에, 황산염 착물의 S은 일반적으로 Ag과 배위결합된 S에 비해 더 큰 전자 결합 에너지를 나타내었다. 반면, Ag_2Te/Ag_2S의 경우, S 원자의 $2p_{3/2}$ 및 $2p_{1/2}$ 피크는 각각 163.7 eV 및 164.9 eV에서 관찰되었는데, 이들은 Ag-S 결합 에너지로서, Ag과 배위결합된 S를 의미하였다.

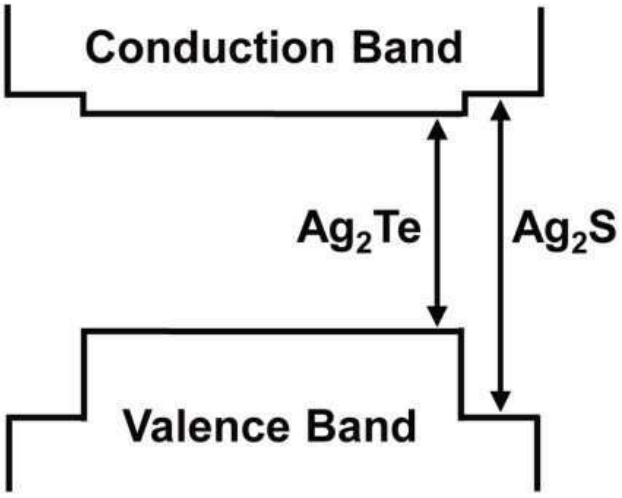
[0122] 도 6(G)에 나타난 바와 같이, 마찬가지로, 178 eV 내지 156 eV의 XPS 스펙트럼에서 $Ag_{3.7}Te$ 및 Ag_2Te/Ag_2S 모두 S 원자의 피크가 확인되었다. $Ag_{3.7}Te$의 경우, 161.7 eV, 163.0 eV 및 168.7 eV에서 세 개의 피크가 확인되었는데, 이들은 SO_x 결합 에너지와 Ag-S 결합 에너지이다. 즉, $Ag_{2.7}Te$은 SO_x 결합 에너지 만을 나타내는 반면, $Ag_{3.7}Te$의 경우, 과잉의 Ag이 1-도데칸티올의 S과 배위결합을 통해 결정 쉘을 형성하여 Ag-S 결합 에너지를 추가로 나타내는바, $Ag_{3.7}Te$은 XPS 스펙트럼에서 모든 특징을 가졌다. 한편, $Ag_{3.7}Te$은 Ag_2Te/Ag_2S에 비해 Ag-S 결합 에너지가 다소 작은데, 이는 은이 풍부한 표면이 Ag-S 결합 강도에 영향을 준 결과로 볼 수 있다.

[0124] 전술한 본 발명의 설명은 예시를 위한 것이며, 본 발명이 속하는 기술분야의 통상의 지식을 가진 자는 본 발명의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 쉽게 변형이 가능하다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예는 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

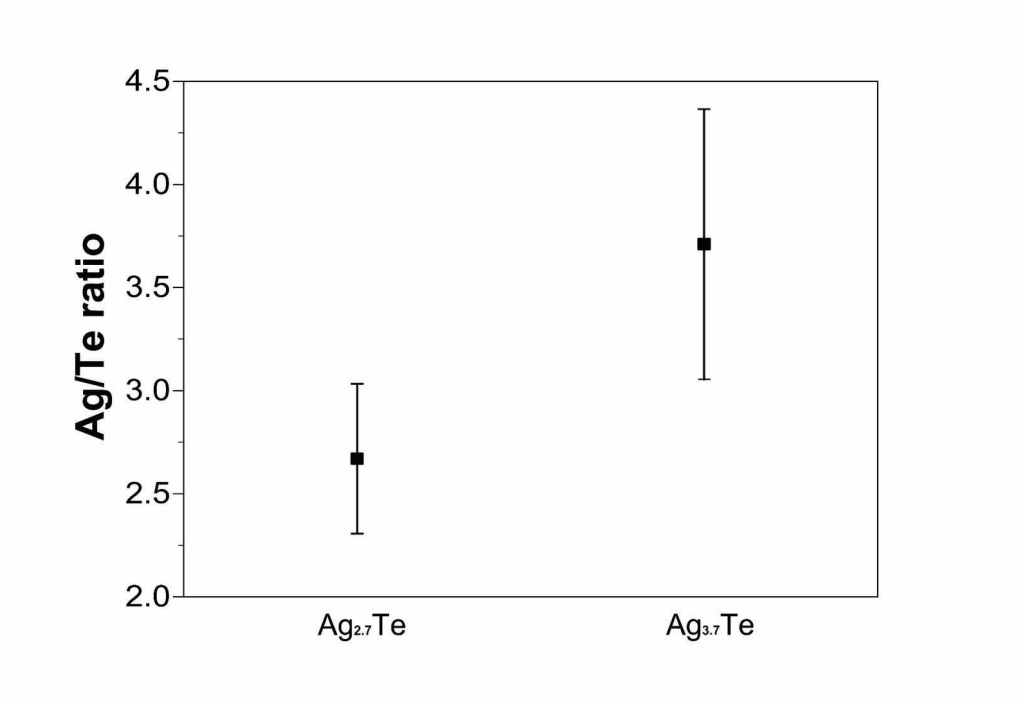
도면

도면1

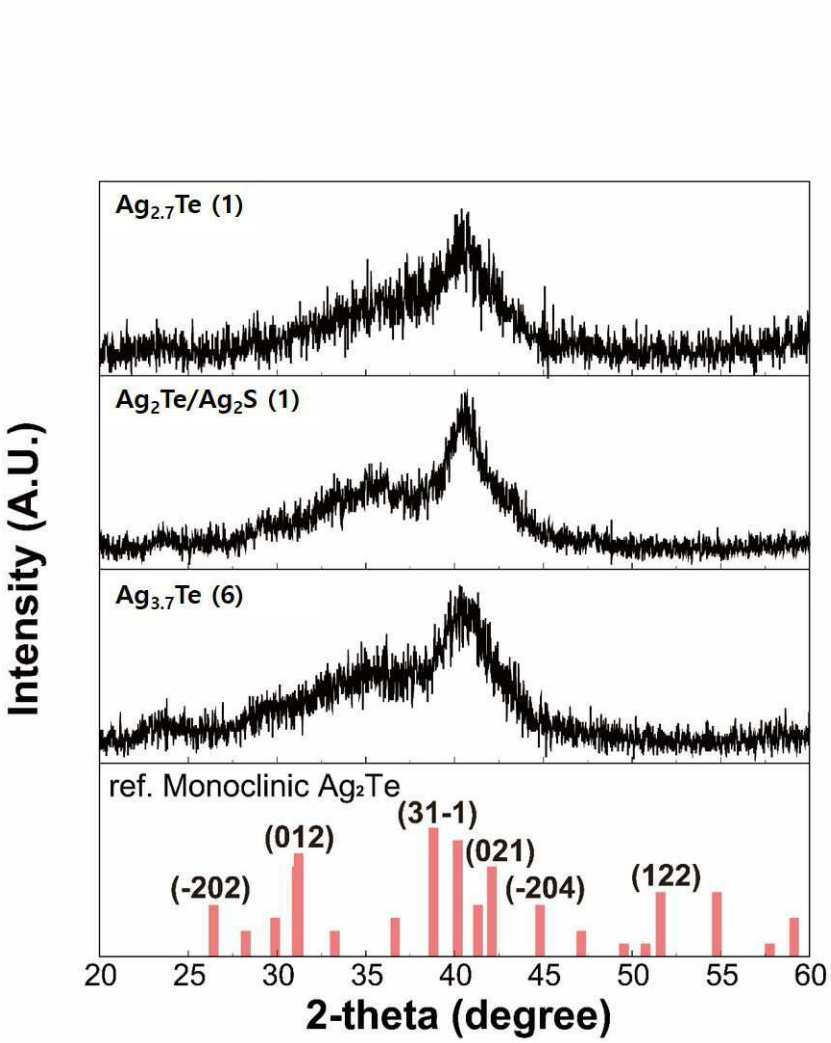

Ag2Te QDs
Shell Growth
Ag2Te/Ag2S QDs


Conduction Band
Ag2Te
Ag2S
Valence Band

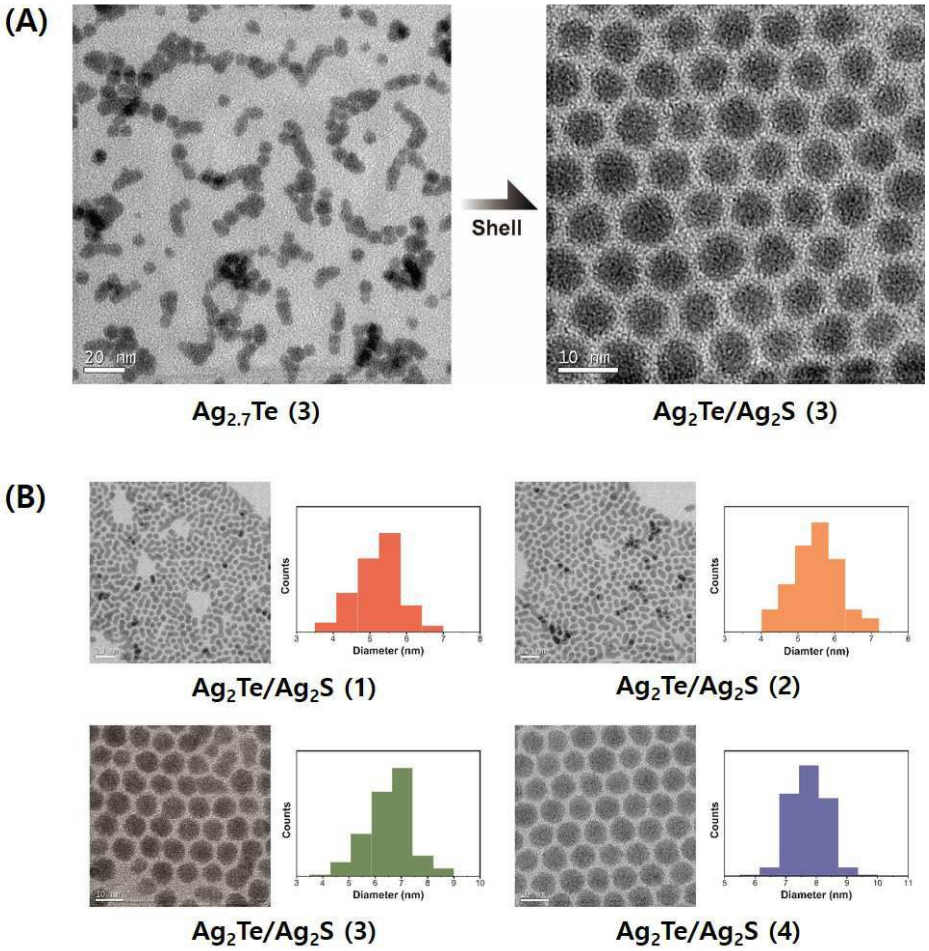
도면2



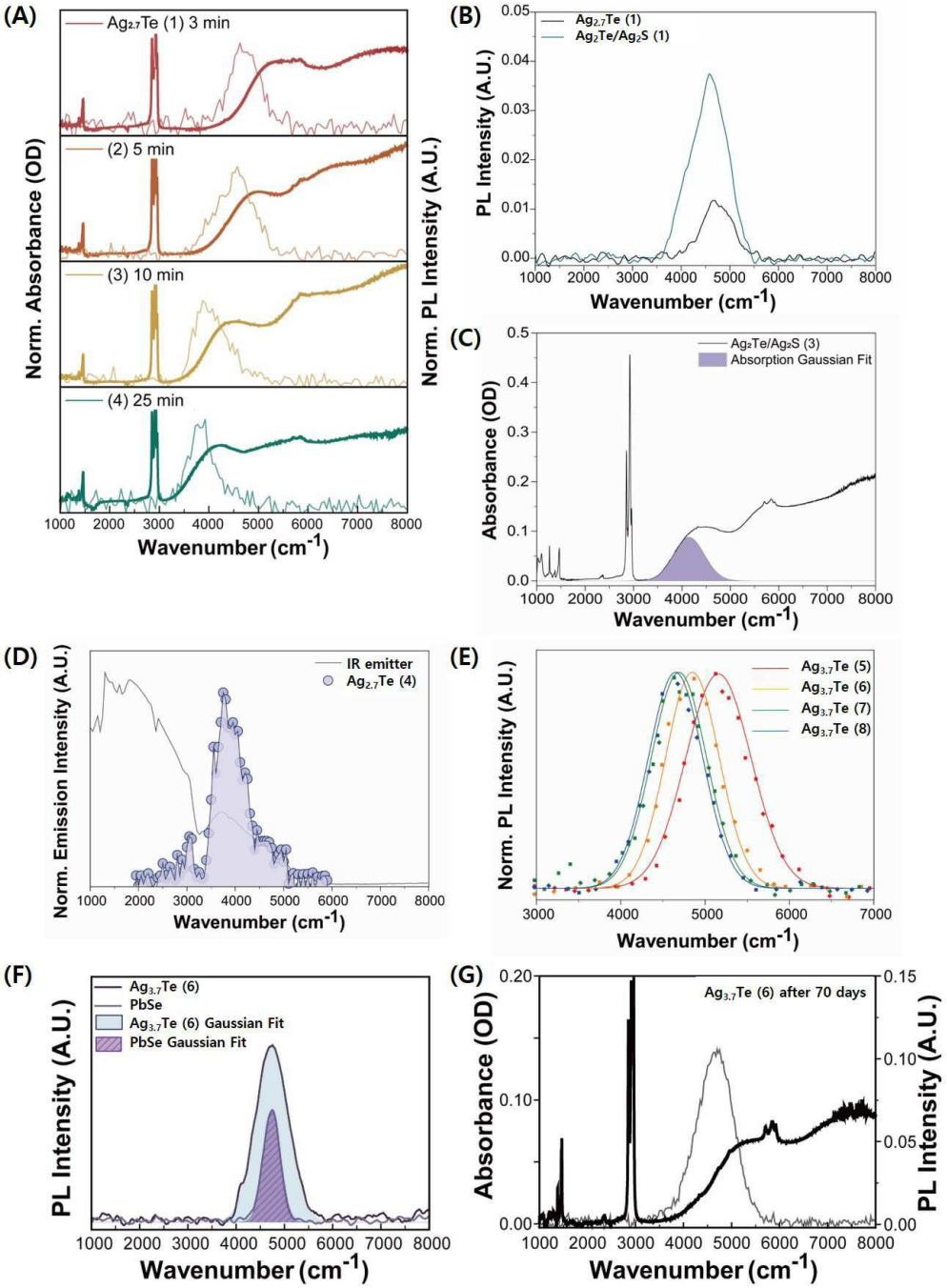
도면3


Ag2.7Te (1)
Ag2Te/Ag2S (1)
Ag3.7Te (6)
ref. Monoclinic Ag2Te
(-202)
(012)
(31-1)
(021)
(-204)
(122)
Intensity (A.U.)
20
25
30
35
40
45
50
55
60
2-theta (degree)

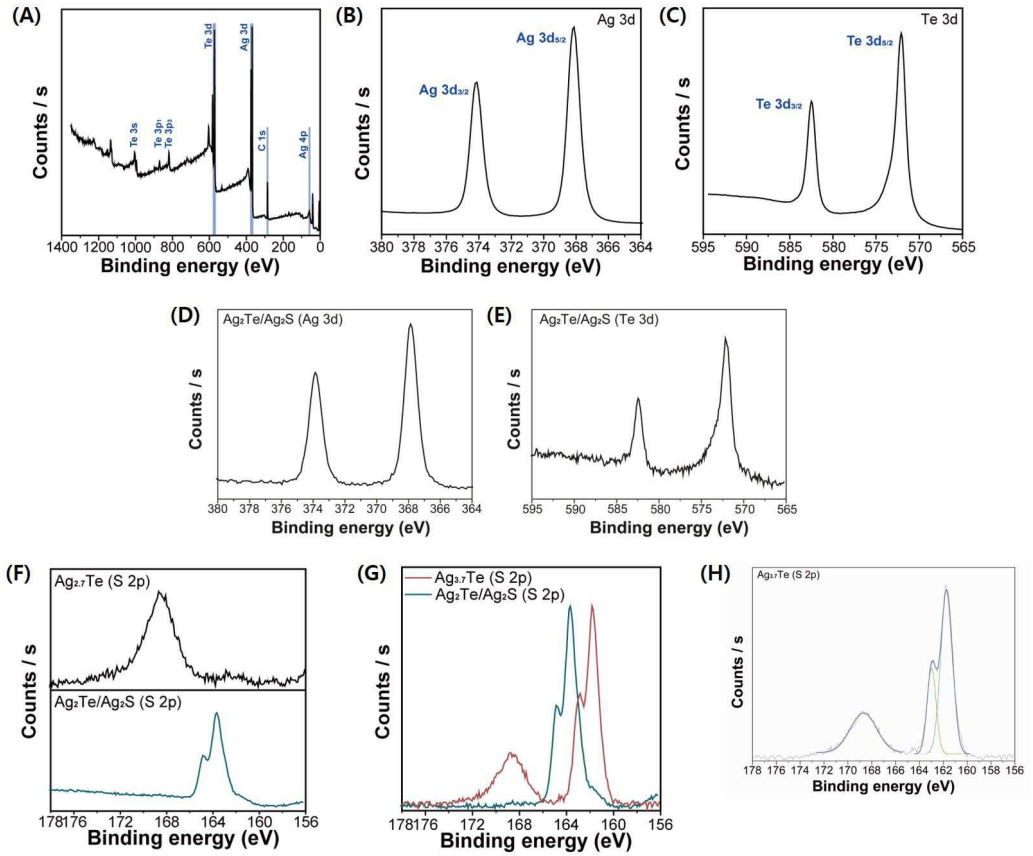
도면4


(A)
20 nm
Shell
10 nm
$Ag_{2.7}Te$ (3)
Ag_2Te/Ag_2S (3)
(B)
Counts
Diameter (nm)
Ag_2Te/Ag_2S (1)
Diamter (nm)
Ag_2Te/Ag_2S (2)
Ag_2Te/Ag_2S (3)
Ag_2Te/Ag_2S (4)

도면5


(A)
Ag2.7Te (1) 3 min
(2) 5 min
(3) 10 min
(4) 25 min
Norm. Absorbance (OD)
Norm. PL Intensity (A.U.)
Wavenumber (cm-1)
(B)
Ag2.7Te (1)
Ag2Te/Ag2S (1)
PL Intensity (A.U.)
Wavenumber (cm-1)
(C)
Ag2Te/Ag2S (3)
Absorption Gaussian Fit
Absorbance (OD)
Wavenumber (cm-1)
(D)
IR emitter
Ag2.7Te (4)
Norm. Emission Intensity (A.U.)
Wavenumber (cm-1)
(E)
Ag3.7Te (5)
Ag3.7Te (6)
Ag3.7Te (7)
Ag3.7Te (8)
Norm. PL Intensity (A.U.)
Wavenumber (cm-1)
(F)
Ag3.7Te (6)
PbSe
Ag3.7Te (6) Gaussian Fit
PbSe Gaussian Fit
PL Intensity (A.U.)
Wavenumber (cm-1)
(G)
Ag3.7Te (6) after 70 days
Absorbance (OD)
PL Intensity (A.U.)
Wavenumber (cm-1)

도면6


(A)
Counts / s
Te 3d
Ag 3d
Te 3s
Te 3p
Te 3p
C 1s
Ag 4p
1400 1200 1000 800 600 400 200 0
Binding energy (eV)
(B)
Ag 3d
Ag 3d5/2
Ag 3d3/2
Counts / s
380 378 376 374 372 370 368 366 364
Binding energy (eV)
(C)
Te 3d
Te 3d5/2
Te 3d3/2
Counts / s
595 590 585 580 575 570 565
Binding energy (eV)
(D)
Ag2Te/Ag2S (Ag 3d)
Counts / s
380 378 376 374 372 370 368 366 364
Binding energy (eV)
(E)
Ag2Te/Ag2S (Te 3d)
Counts / s
595 590 585 580 575 570 565
Binding energy (eV)
(F)
Ag2.7Te (S 2p)
Ag2Te/Ag2S (S 2p)
Counts / s
178176 172 168 164 160 156
Binding energy (eV)
(G)
Ag3.7Te (S 2p)
Ag2Te/Ag2S (S 2p)
Counts / s
178176 172 168 164 160 156
Binding energy (eV)
(H)
Ag3.7Te (S 2p)
Counts / s
178 176 174 172 170 168 166 164 162 160 158 156
Binding energy (eV)