

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0129643

(43) 공개일자 2020년11월18일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C30B 29/68 (2006.01) C30B 29/10 (2006.01)

C30B 29/46 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C30B 29/68 (2013.01)

C30B 29/10 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2019-0054356

(22) 출원일자 2019년05월09일

심사청구일자 2019년05월09일

(71) 출원인

울산과학기술원

울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50

(72) 발명자

권순용

울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50

송승욱

울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

전용준

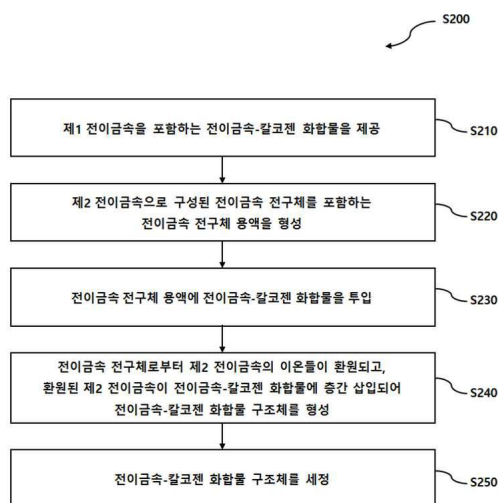
전체 청구항 수 : 총 20 항

(54) 발명의 명칭 도핑된 전이금속-칼코젠 화합물 구조체 및 그 제조 방법

(57) 요약

본 발명은, 높은 전기전도도를 가지는 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 제공하는 것이다. 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체는, 제1 전이금속을 포함하고, 층상 구조를 가지는 전이금속-칼코젠 화합물; 및 상기 전이금속-칼코젠 화합물의 층 사이에 층간 삽입된 제2 전이금속;을 포함한다.

대표도 - 도19



(52) CPC특허분류

C30B 29/46 (2013.01)

C30B 7/14 (2013.01)

(72) 발명자

심여선

울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50

왕재원

울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1711092380

부처명 과학기술정보통신부

과제관리(전문)기관명 한국연구재단

연구사업명 나노·소재기술개발(R&D)

연구과제명 초저전력 유연전자소자용 초미세 인터커넥트를 위한 일차원 전이금속 칼코젠 나노단

결정 합성연구

기 여 율 1/1

과제수행기관명 울산과학기술원

연구기간 2019.03.01 ~ 2019.07.31

명세서

청구범위

청구항 1

제1 전이금속을 포함하고, 층상 구조를 가지는 전이금속-칼코젠 화합물; 및

상기 전이금속-칼코젠 화합물의 층 사이에 층간 삽입된 제2 전이금속;을 포함하는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체는 일차원 구조를 가지는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체.

청구항 3

청구항 1에 있어서,

상기 전이금속-칼코젠 화합물은 WTe_2 , $MoTe_2$, 및 $W_xMo_{1-x}Te_2$ (여기에서, $0 < x < 1$) 중 적어도 어느 하나를 포함하는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체.

청구항 4

청구항 1에 있어서,

상기 제2 전이금속은 구리 또는 코발트를 포함하는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체.

청구항 5

청구항 1에 있어서,

상기 제2 전이금속은 0 at% 초과 내지 50 at% 이하의 범위로 층간 삽입된, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체.

청구항 6

제1 전이금속을 포함하는 전이금속-칼코젠 화합물을 제공하는 단계;

제2 전이금속으로 구성된 전이금속 전구체를 포함하는 전이금속 전구체 용액을 형성하는 단계;

상기 전이금속 전구체 용액에 상기 전이금속-칼코젠 화합물을 투입하는 단계; 및

상기 전이금속 전구체로부터 상기 제2 전이금속의 이온들이 환원되고, 상기 환원된 제2 전이금속이 상기 전이금속-칼코젠 화합물에 층간 삽입되어 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 형성하는 단계;를 포함하는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법.

청구항 7

청구항 6에 있어서,

상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 형성하는 단계에서, 상기 전이금속 전구체는 불균등화 환원 반응을 통해 상기 제2 전이금속의 이온들이 자발적으로 환원되는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법.

청구항 8

청구항 6에 있어서,

상기 전이금속 전구체 용액을 형성하는 단계는, 상기 전이금속 전구체를 유기 용매에 혼합하여 수행되는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법.

청구항 9

청구항 6에 있어서,

상기 전이금속 전구체는 테트라키스(아세토니트릴) 구리(I) 헥사플로로포스페이트 (tetrakis(acetonitrile)copper (I) hexafluorophosphate) 또는 디코발트 옥타카보닐 (dicobalt octacarbonyl)을 포함하는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법.

청구항 10

청구항 6에 있어서,

상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 형성하는 단계는, 불활성 분위기에서 40℃ 내지 70℃ 범위의 온도에서 수행되는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법.

청구항 11

청구항 6에 있어서,

상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 형성하는 단계를 수행한 후에, 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 세정하는 단계를 더 포함하는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법.

청구항 12

청구항 6에 있어서,

상기 전이금속 전구체 용액을 형성하는 단계를 수행하기 전에, 상기 전이금속 전구체 용액을 수용하는 용기를 세정하는 단계를 더 포함하고,

상기 용기를 세정하는 단계는, 상기 용기를 8 vol % 내지 12 vol % 범위의 질산을 포함하는 산성 욕에 침지하여 세정하고, 상기 용기를 탈이온수에 침지하여 중성화 작업을 수행하고, 이어서 55℃ 내지 65℃ 범위의 온도에서 건조하여 수행하는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법.

청구항 13

청구항 6에 있어서,

상기 제1 전이금속을 포함하는 전이금속-칼코젠 화합물을 제공하는 단계는,

기판을 제공하는 단계;

상기 기판 상에 상기 제1 전이금속을 포함하는 전이금속층을 형성하는 단계;

상기 전이금속층 상에 공용금속합금용 금속층을 형성하는 단계;

상기 공용금속합금용 금속층에 칼코젠을 제공하여 칼코젠 공용금속합금을 형성하는 단계; 및

상기 제1 전이금속이 상기 칼코젠 공용금속합금 내로 확산하여 상기 칼코젠 공용금속합금에 포함된 상기 칼코젠과 상기 제1 전이금속이 결합하여 전이금속-칼코젠 화합물을 형성하는 단계;를 포함하는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법.

청구항 14

청구항 6에 있어서,

상기 제1 전이금속을 포함하는 전이금속-칼코젠 화합물을 제공하는 단계는,

기판을 제공하는 단계;

상기 기판 상에 상기 제1 전이금속을 포함하는 전이금속층을 형성하는 단계;

상기 전이금속층 상에 공용금속합금용 금속층을 형성하는 단계;

설정 온도 범위 상태에서 상기 공용금속합금용 금속층에 기체 상태의 칼코젠을 제공하여 액체 방울 형태의 칼코

젠 공융금속합금을 형성하는 단계; 및

상기 제1 전이금속이 상기 액체 방울 형태의 칼코젠 공융금속합금 내로 확산하여 상기 액체 방울 형태의 칼코젠 공융금속합금에 포함된 상기 칼코젠과 상기 제1 전이금속이 결합하여 전이금속-칼코젠 화합물을 형성하는 단계;를 포함하는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법

청구항 15

청구항 13 또는 청구항 14에 있어서,

상기 기판은 실리콘(Si), 실리콘 산화물(SiO_2) 및 알루미늄 산화물(Al_2O_3) 중 적어도 어느 하나를 포함하는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법.

청구항 16

청구항 13 또는 청구항 14에 있어서,

상기 제1 전이금속은 텅스텐(W), 몰리브덴(Mo), 티타늄(Ti), 바나듐(V), 지르코늄(Zr), 니오븀(Nb), 텔루륨(Te), 하프늄(Hf), 탄탈륨(Ta), 레늄(Re), 코발트(Co), 니켈(Ni), 로듐(Rh), 팔라듐(Pd), 이리듐(Ir), 백금(Pt), 및 이들의 합금 중 적어도 어느 하나를 포함하는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법.

청구항 17

청구항 13 또는 청구항 14에 있어서,

상기 공융금속합금용 금속층은 구리(Cu), 니켈(Ni), 금(Au), 은(Ag), 및 팔라듐(Pd) 중 적어도 어느 하나를 포함하는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법.

청구항 18

청구항 13 또는 청구항 14에 있어서,

상기 칼코젠은 황(S), 셀레늄(Se), 및 텔루륨(Te) 중 적어도 어느 하나를 포함하는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법.

청구항 19

청구항 13 또는 청구항 14에 있어서,

상기 칼코젠 공융금속합금을 형성하는 단계 및 상기 전이금속-칼코젠 화합물을 형성하는 단계는 50°C 내지 1200°C 의 온도 범위에서 수행되는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법.

청구항 20

청구항 13 또는 청구항 14에 있어서,

상기 칼코젠 공융금속합금을 형성하는 단계 및 상기 전이금속-칼코젠 화합물을 형성하는 단계는 300°C 내지 700°C 의 온도 범위에서 수행되는, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명의 기술적 사상은 전이금속-칼코젠 화합물 구조체 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 그래핀과 같은 2차원 평면형 물질은 높은 전기 전도성 등 전자 장치로의 적용을 위한 우수한 여러 가지 특성을 가지므로 연구개발이 활발하게 수행되고 있다. 그러나, 그래핀은 금속의 전기물성을 가지며 높이 방향으로의 전기 전도성이 낮은 한계를 가지므로, 이러한 한계를 극복하기 위한 대안적인 물질의 개발도 진행되고 있다. 상기 대안적인 물질로서 금속 및 반도체의 전기 물성의 조절이 용이한 전이금속-칼코젠 화합물이 제시되고 있으

나, 칼코젠이 산소에 대한 반응성이 높고, 기화가 쉽게 되어 전자 장치로의 응용이 어려운 한계가 있다.

[0003] 전이금속-칼코젠 화합물의 제조 방법으로서, 스카치 테이프를 이용하는 등의 탑-다운(Top-down) 방식은 단결정 형성에 용이하지만, 균일성과 수율이 낮고, 대량 생산이 어렵다. 그러나, 증착 방식을 이용하는 바텀-업(Bottom-up) 방식은 대량 생산이 용이하나 단결정을 형성하기 어렵고, 높은 압력, 높은 온도 및 긴 시간을 요구하는 문제점이 있다. 특히, 텔루륨(Te)은 산소에 대한 반응성이 높고, 기화가 쉽게 되어 화학적양론비가 맞는(stoichiometric) 이텔루륨 전이금속 화합물의 바텀-업 합성 결과는 거의 연구되지 못하고 있다. 또한, 상기 전이금속-칼코젠 화합물은 캐리어 밀도가 낮으며, 이에 따라 전기전도도가 낮은 한계가 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0004] (특허문헌 0001) 한국특허공개번호 제10-2016-0127885호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본 발명의 기술적 사상이 이루고자 하는 기술적 과제는 높은 전기전도도를 가지는 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 제공하는 것이다.

[0006] 본 발명의 기술적 사상이 이루고자 하는 다른 기술적 과제는 높은 전기전도도를 가지는 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법을 제공하는 것이다.

[0007] 그러나 이러한 과제는 예시적인 것으로, 본 발명의 기술적 사상은 이에 한정되는 것은 아니다.

과제의 해결 수단

[0008] 상기 기술적 과제를 달성하기 위한 본 발명의 기술적 사상에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체는, 제1 전이금속을 포함하고, 층상 구조를 가지는 전이금속-칼코젠 화합물; 및 상기 전이금속-칼코젠 화합물의 층 사이에 층간 삽입된 제2 전이금속;을 포함한다.

[0009] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체는 일차원 구조를 가질 수 있다.

[0010] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 전이금속-칼코젠 화합물은 WTe_2 , $MoTe_2$, 및 $W_xMo_{1-x}Te_2$ (여기에서, $0 < x < 1$) 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있다.

[0011] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 제2 전이금속은 구리 또는 코발트를 포함할 수 있다.

[0012] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 제2 전이금속은 0 at% 초과 내지 50 at% 이하의 범위로 층간 삽입될 수 있다.

[0013] 상기 기술적 과제를 달성하기 위한 본 발명의 기술적 사상에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법은, 제1 전이금속을 포함하는 전이금속-칼코젠 화합물을 제공하는 단계; 제2 전이금속으로 구성된 전이금속 전구체를 포함하는 전이금속 전구체 용액을 형성하는 단계; 상기 전이금속 전구체 용액에 상기 전이금속-칼코젠 화합물을 투입하는 단계; 및 상기 전이금속 전구체로부터 상기 제2 전이금속의 이온들이 환원되고, 상기 환원된 제2 전이금속이 상기 전이금속-칼코젠 화합물에 층간 삽입되어 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 형성하는 단계;를 포함한다.

[0014] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 형성하는 단계에서, 상기 전이금속 전구체는 불균등화 환원 반응을 통해 상기 제2 전이금속의 이온들이 자발적으로 환원될 수 있다.

[0015] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 전이금속 전구체 용액을 형성하는 단계는, 상기 전이금속 전구체를 유기 용매에 혼합하여 수행될 수 있다.

[0016] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 전이금속 전구체는 테트라키스(아세토니트릴) 구리(I) 헥사플로로포스페이트 (tetrakis(acetonitrile)copper (I) hexafluorophosphate) 또는 디코발트 옥타카보닐 (dicobalt

octacarbonyl)을 포함할 수 있다.

- [0017] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 형성하는 단계는, 불활성 분위기에 서 40℃ 내지 70℃ 범위의 온도에서 수행될 수 있다.
- [0018] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 형성하는 단계를 수행한 후에, 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 세정하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0019] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 전이금속 전구체 용액을 형성하는 단계를 수행하기 전에, 상기 전이금속 전구체 용액을 수용하는 용기를 세정하는 단계를 더 포함할 수 있다. 상기 용기를 세정하는 단계는, 상기 용기를 8 vol % 내지 12 vol % 범위의 질산을 포함하는 산성 욕에 침지하여 세정하고, 상기 용기를 탈이온수에 침지하여 중성화 작업을 수행하고, 이어서 55℃ 내지 65℃ 범위의 온도에서 건조하여 수행할 수 있다.
- [0020] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 제1 전이금속을 포함하는 전이금속-칼코젠 화합물을 제공하는 단계는, 기관을 제공하는 단계; 상기 기관 상에 상기 제1 전이금속을 포함하는 전이금속층을 형성하는 단계; 상기 전이금속층 상에 공용금속합금용 금속층을 형성하는 단계; 상기 공용금속합금용 금속층에 칼코젠을 제공하여 칼코젠 공용금속합금을 형성하는 단계; 및 상기 제1 전이금속이 상기 칼코젠 공용금속합금 내로 확산하여 상기 칼코젠 공용금속합금에 포함된 상기 칼코젠과 상기 제1 전이금속이 결합하여 전이금속-칼코젠 화합물을 형성하는 단계;를 포함할 수 있다.
- [0021] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 제1 전이금속을 포함하는 전이금속-칼코젠 화합물을 제공하는 단계는, 기관을 제공하는 단계; 상기 기관 상에 상기 제1 전이금속을 포함하는 전이금속층을 형성하는 단계; 상기 전이금속층 상에 공용금속합금용 금속층을 형성하는 단계; 설정 온도 범위 상태에서 상기 공용금속합금용 금속층에 기체 상태의 칼코젠을 제공하여 액체 방울 형태의 칼코젠 공용금속합금을 형성하는 단계; 및 상기 제1 전이금속이 상기 액체 방울 형태의 칼코젠 공용금속합금 내로 확산하여 상기 액체 방울 형태의 칼코젠 공용금속합금에 포함된 상기 칼코젠과 상기 제1 전이금속이 결합하여 전이금속-칼코젠 화합물을 형성하는 단계;를 포함할 수 있다.
- [0022] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 기관은 실리콘(Si), 실리콘 산화물(SiO₂) 및 알루미늄 산화물(Al₂O₃) 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있다.
- [0023] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 제1 전이금속은 텅스텐(W), 몰리브덴(Mo), 티타늄(Ti), 바나듐(V), 지르코늄(Zr), 니오븀(Nb), 텔루륨(Te), 하프늄(Hf), 탄탈륨(Ta), 레늄(Re), 코발트(Co), 니켈(Ni), 로듐(Rh), 팔라듐(Pd), 이리듐(Ir), 백금(Pt), 및 이들의 합금 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있다.
- [0024] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 공용금속합금용 금속층은 구리(Cu), 니켈(Ni), 금(Au), 은(Ag), 및 팔라듐(Pd) 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있다.
- [0025] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 칼코젠은 황(S), 셀레늄(Se), 및 텔루륨(Te) 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있다.
- [0026] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 칼코젠 공용금속합금을 형성하는 단계 및 상기 전이금속-칼코젠 화합물을 형성하는 단계는 50℃ 내지 1200℃ 의 온도 범위에서 수행될 수 있다.
- [0027] 본 발명의 일부 실시예들에 있어서, 상기 칼코젠 공용금속합금을 형성하는 단계 및 상기 전이금속-칼코젠 화합물을 형성하는 단계는 300℃ 내지 700℃ 의 온도 범위에서 수행될 수 있다.

발명의 효과

- [0028] 본 발명의 기술적 사상에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체는 전이금속-칼코젠 화합물에 전이금속을 층간 삽입하여 캐리어 밀도를 증가시키고 이에 따라 높은 전기전도도를 제공할 수 있다.
- [0029] 상기 전이금속-칼코젠 화합물은 액상의 칼코젠 공용금속합금을 이용하여, 핵생성-석출공정(nucleation-precipitation)을 통한 텔루륨계 1차원 단결정 나노 구조체로서 제조할 수 있다. 본 발명에 따라, 기존의 바딤-업 방식에서 사용된 기상 증착법의 산화성 증가 및 증발 등의 한계를 극복할 수 있고, 전이금속-칼코젠 화합물 및 이중구조를 이용하여 차세대 정보소자의 구현을 이룰 수 있다.
- [0030] 본 발명의 기술적 사상에 따른 전이금속-칼코젠 화합물은, 고순도, 화학량론비가 맞는 텔루륨계 전이금속-칼코젠 화합물의 단결정 나노구조체를 형성할 수 있고, 종래의 닫힌 계(closed system)에서의 매우 긴 반응시간, 고

온에서의 기상반응에 의한 많은 결함을 가지는 벌크 구조체 형성 및 재현성 확보의 어려움 등과 같은 문제점을 해결할 수 있다. 또한, 본 발명의 기술적 사상에 따른 전이금속-칼코젠 화합물은, 단결정 나노구조체의 형상 및 두께 조절, 화합물 나노구조체 합성, 조성 조절, 도판트의 분포양상, 결함 및 계면 구조 등에 대한 정밀한 제어 등을 통해 우수한 물리적 특성들을 가지므로, 다양한 응용을 기대할 수 있다.

[0031] 상술한 본 발명의 효과들은 예시적으로 기재되었고, 이러한 효과들에 의해 본 발명의 범위가 한정되는 것은 아니다.

도면의 간단한 설명

[0032] 도 1은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 형성 가능한 상에 따른 화학 구조를 나타내는 모식도이다.

도 2는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 형성 가능한 상에 따른 밴드 구조를 나타내는 그래프이다.

도 3은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 제조 방법을 설명하는 흐름도이다.

도 4는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 제조 방법을 설명하는 모식도이다.

도 5는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 제조 방법에서 칼코젠 공용금속합금에 대한 상태도 및 해당 화합물의 성장이 가능한 온도구간을 표시한 그래프이다.

도 6 및 도 7은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 주사전자현미경 및 투과전자현미경 사진들이다.

도 8은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물에 대한 조성 변화에 따른 X-선 회절패턴을 나타내는 그래프이다.

도 9는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 1차원 형상을 갖는 전이금속-칼코젠 화합물에 대한 성장 시간에 따른 치수 변화를 나타내는 그래프이다.

도 10은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 두께에 따른 비저항의 관계를 나타내는 그래프이다.

도 11은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물에 대한 온도와 비저항의 관계를 나타내는 그래프이다.

도 12는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물에 대한 전기적 특성을 측정하기 위한 장치이다.

도 13은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 두께 변화에 따라 측정된 전기장과 전류밀도의 관계를 나타내는 그래프이다.

도 14는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물에 대한 두께에 따른 비저항 및 전류밀도의 관계를 나타내는 그래프이다.

도 15는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 분위기 변화에 따른 전기장과 전류밀도의 관계를 나타내는 그래프이다.

도 16은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 분위기 변화에 따른 두께와 항복전류밀도의 관계를 나타내는 그래프이다.

도 17은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 분위기 변화에 따른 항복전류밀도와 비저항의 관계를 나타내는 그래프이다.

도 18은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 분위기 변화에 따른 인가 전력과 파괴 직전 온도의 관계를 나타내는 그래프이다.

도 19는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법을 설명하는 흐름도이다.

도 20은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법을 구현한 실험 장치들을 나타내는 사진들이다.

도 21은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 도시하는 모식도이다.

도 22는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체에서, 구리의 층간 삽입 전후의 구조 변화를 분석하기 위한 주사전자현미경 사진 및 조성분석을 실시한 결과들을 보여주는 그래프들이다.

도 23은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체에서, 코발트의 층간 삽입 전후의 구조 변화를 분석하기 위한 주사전자현미경 사진 및 조성분석을 실시한 결과들을 보여주는 그래프들이다.

도 24는 본 발명의 일실시예에 따른 구리가 층간 삽입된 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 원자힘 현미경 사진 및 구리의 층간 삽입에 따른 두께 변화를 나타내는 그래프이다.

도 25는 본 발명의 일실시예에 따른 구리가 층간 삽입된 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 라만 스펙트럼 그래프이다.

도 26은 본 발명의 일실시예에 따른 구리가 층간 삽입된 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 X-선 회절 패턴 그래프이다.

도 27은 본 발명의 일실시예에 따른 코발트가 층간 삽입된 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 전기화학적 특성을 나타내는 그래프들이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0033] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예를 상세히 설명하기로 한다. 본 발명의 실시예들은 당해 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 본 발명의 기술적 사상을 더욱 완전하게 설명하기 위하여 제공되는 것이며, 하기 실시예는 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 기술적 사상의 범위가 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다. 오히려, 이들 실시예는 본 개시를 더욱 충실하고 완전하게 하고, 당업자에게 본 발명의 기술적 사상을 완전하게 전달하기 위하여 제공되는 것이다. 본 명세서에서 동일한 부호는 시종 동일한 요소를 의미한다. 나아가, 도면에서의 다양한 요소와 영역은 개략적으로 그려진 것이다. 따라서, 본 발명의 기술적 사상은 첨부한 도면에 그려진 상대적인 크기나 간격에 의해 제한되지 않는다.

[0034] 본 발명의 기술적 사상은 전이금속의 층간 삽입에 의하여 캐리어 밀도를 증가시켜 전기 전도성을 향상시킬 수 있는 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 제공하는 것이다. 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체는 하기에 설명하는 전이금속-칼코젠 화합물을 포함한다. 이하에서는, 상기 전이금속-칼코젠 화합물 및 그 제조 방법을 상세하게 설명하기로 한다.

[0035] 본 발명의 기술적 사상에 따른 전이금속-칼코젠 화합물은, 칼코젠 물질이, 특히 텔루륨(Te)이 산소와 반응성이 높은 문제와 기화가 쉽게 되는 문제를 해결하기 위하여, 액상의 공융금속합금(eutectic metal alloys)을 형성하여, 불순물과 결함이 최소화되고, 조성을 조절하면서, 나노 단결정으로 구성된 1차원 전이금속-칼코젠 화합물을 저온과 짧은 시간에 제조할 수 있다.

[0036] 전이금속-칼코젠 화합물(transition metal chalcogen compound)은 층상 구조(layered structure)를 갖는다는 측면에서 그래핀과 구조적으로 유사하지만, 변조가 가능한 직접 천이형 밴드갭 구조를 가지고 있어 구조적 안정성을 가지면서 동시에 높은 전하 이동도와 우수한 광반응성을 갖는 등의 특성을 보유하여, 초저전력 기반의 차세대 정보소자의 응용에 매우 적합한 최첨단 신소재로 제안되고 있다. 특히, 텔루륨(Tellurium, Te)을 포함하는 전이금속-칼코젠 화합물은 매우 크고 포화되지 않는, 예를 들어 WTe_2 의 경우에는 60 테슬라 및 0.53 K에서 최대 13,000,000 %까지의 자기 저항(magnetoresistance) 특성을 가지고, $MoTe_2$ 의 경우에는 최대 4,000 cm^2Vs^{-1} , WTe_2 의 경우에는 최대 10,000 cm^2Vs^{-1} 의 우수한 전하 이동도를 가지고, 높은 품질의 단일층(monolayer) WTe_2 혹은 $MoTe_2$ 박막에서의 2차원 위상 절연체(topological insulator)의 형성이 가능하며, 조성 변화가 가능한 높은 품질의 $(W_xMo_{1-x})Te_2$ (여기에서, $0 < x < 1$) 화합물 박막을 형성하는 경우, 변조가 가능한 바일 반금속(Weyl semimetal)을 구현할 수 있는 등의 특성을 제공할 수 있다. 이에 따라, 초전도성(superconductivity) 및 양자 스핀 홀 연구(quantum spin Hall effect) 등과 같은 전자기 양자물성 연구에 있어 우수한 플랫폼 소재로서 응용될 수 있고, 또한 이러한 우수한 전자기 특성들에 기반하고 또한 다른 저차원 나노소재, 예를 들어 그래핀이나 BN와 같은 이차원 소재 등,와의 이종구조 형성을 통해 양자 위상(quantum

phase)를 이용하는 차세대 전자소자, 스핀트로닉스(spintronics)에 기반한 차세대 자기소자, 고효율 열전 소자(thermoelectric devices) 및 상변이 메모리 소자(phase change memory devices) 등의 차세대 초저전력 정보소자에의 높은 응용가능성이 예상된다.

- [0037] 도 1은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 형성 가능한 상(phase)에 따른 화학 구조를 나타내는 모식도이다.
- [0038] 도 1을 참조하면, 상기 전이금속-칼코젠 화합물은 1T, 2H, 3R 등과 같은 화학 구조를 가질 수 있다. 상기 전이금속-칼코젠 화합물이 칼코젠 물질로서 황(S)이나 셀레늄(Se)을 포함하는 경우에는, 2H 구조를 안정상으로 가지는 것이 일반적이며, 반도체 성질을 가지게 된다. 반면, 상기 전이금속-칼코젠 화합물이 칼코젠 물질로서 텔루륨(Te)을 포함하는 경우에는, 1T' 구조를 안정상으로 가지며, 금속 성질을 가지게 된다.
- [0039] 전이금속-칼코젠 화합물은 전이금속(IV족 내지 X족)과 칼코젠 원자(S, Se, 또는 Te)의 종류에 따라 약 40 가지 이상 존재하지만, 현재까지 연구로는 기계적 박리법(mechanical exfoliation)으로 획득한 플레이크(flake) 샘플이거나 또는 벌크(bulk) 결정에서 획득한 샘플들이며, 높은 품질의 전이금속-칼코젠 화합물의 나노 구조체의 직접적인 합성은 연구되지 못하는 실정이다. 특히, 1T' 구조를 안정상으로 가지는 텔루륨(Te)을 포함하는 전이금속-칼코젠 화합물은 결정 구조의 이방성(anisotropy)으로 인하여 기계적 박리법을 이용하여도 마이크로 크기 이상 수준의 박막의 획득이 용이하지 않아 그 물성조차도 매우 제한적으로 알려져 있다.
- [0040] 특히, 텔루륨(Te)을 포함하는 전이금속-칼코젠 화합물의 경우에는, 황(S)이나 셀레늄(Se)을 포함하는 전이금속-칼코젠 화합물에 비하여, 전이금속과 텔루륨 원자들 간의 반응성이 낮고 형성 엔탈피가 높으며, 또한 텔루륨 원자 자체의 매우 높은 평형증기압과 공기 중의 산소와의 매우 높은 반응성 등으로 인해 기존의 기상 증착법을 이용하여서는 높은 품질의 소재 합성이 매우 어렵다. 따라서, 현재까지는 텔루륨 계열 고품위 전이금속-칼코젠 화합물 나노소재 합성에 관한 관련 보고가 전 세계적으로 거의 전무한 실정이며, 차세대 정보소자 구현을 위한 전이금속-칼코젠 화합물 나노소재의 도핑(doping) 및 이종구조(heterostructure) 구현은 물론 (W_xMo_{1-x})Te₂ (여기에서, $0 < x < 1$)과 같은 화합물 합성에 관한 실험적 결과 또한 전 세계적으로 전무한 실정이다. 또한 기상증착법을 이용하여 텔루륨 계열 전이금속-칼코젠 화합물 나노소재 합성에 성공한다고 해도, 그래핀 및 황이나 셀레늄 계열 전이금속-칼코젠 화합물에 관한 선행연구에서 알 수 있듯이 다결정(polycrystalline) 형태의 결정립 및 결함들(defects)이 다수 포함된 박막의 형성이 불가결하여 차후 해당소재의 물성연구 및 소자응용연구에 한계가 있다.
- [0041] 특히, 나노 와이어, 나노 벨트, 나노 튜브 등과 같은 1차원 나노 구조를 갖는 전이금속-칼코젠 화합물은 두 개의 공간축에서의 나노 크기의 치수, 높은 비표면적, 양자가둠효과(quantum confinement effect) 등으로 인해 기존의 2차원 나노 구조의 전이금속-칼코젠 화합물에서는 발견할 수 없는 새로운 물리적 현상의 발견이 기대되어 미래 초저전력 정보소자에의 활용성의 확대가 가능할 것으로 보인다.
- [0042] 도 2는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 형성 가능한 상에 따른 밴드 구조를 나타내는 그래프이다.
- [0043] 도 2를 참조하면, 전이금속-칼코젠 화합물은 2H 상을 가지는 경우에는 밴드갭을 제공할 수 있는 반도체성을 가지는데 반해, 1T 혹은 1T' 상을 가지는 경우 다양한 일함수를 제공할 수 있는 금속성을 가지는 장점이 있음을 알 수 있다.
- [0044] 도 3은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 제조 방법(S100)을 설명하는 흐름도이다.
- [0045] 도 3을 참조하면, 전이금속-칼코젠 화합물의 제조 방법(S100)은, 기판을 제공하는 단계(S110); 상기 기판 상에 제1 전이금속을 포함하는 전이금속층을 형성하는 단계(S120); 상기 전이금속층 상에 공용금속합금용 금속층을 형성하는 단계(S130); 상기 공용금속합금용 금속층에 칼코젠을 제공하여 칼코젠 공용금속합금을 형성하는 단계(S140); 및 상기 제1 전이금속이 상기 칼코젠 공용금속합금 내로 확산하여 상기 칼코젠 공용금속합금에 포함된 상기 칼코젠과 상기 제1 전이금속이 결합하여 전이금속-칼코젠 화합물을 형성하는 단계(S150);를 포함한다.
- [0046] 여기에서, 상기 공용금속합금용 금속층에 칼코젠을 제공하여 칼코젠 공용금속합금을 형성하는 단계(S140)는, 설정 온도 범위 상태에서 상기 공용금속합금용 금속층에 기체 상태의 칼코젠을 제공하여 액체 방울 형태의 칼코젠 공용금속합금을 형성함으로써 구현될 수 있다.
- [0047] 또한, 상기 제1 전이금속이 상기 칼코젠 공용금속합금 내로 확산하여 상기 칼코젠 공용금속합금에 포함된 상기

칼코젠과 상기 제1 전이금속이 결합하여 전이금속-칼코젠 화합물을 형성하는 단계(S150)는, 상기 제1 전이금속이 상기 액체 방울 형태의 칼코젠 공융금속합금 내로 확산하여 상기 액체 방울 형태의 칼코젠 공융금속합금에 포함된 상기 칼코젠과 상기 제1 전이금속이 결합하여 전이금속-칼코젠 화합물을 형성함으로써 구현될 수 있다.

[0048] 상기 기판은 결정질 물질이나 비결정질 물질을 포함할 수 있고, 예를 들어 실리콘(Si), 실리콘 산화물(SiO_2), 및 알루미늄 산화물(Al_2O_3) 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있고, 결정성 및 비결정성에 무관하게 모든 종류의 기판을 포함한다. 상기 제1 전이금속은 텅스텐(W), 몰리브덴(Mo), 티타늄(Ti), 바나듐(V), 지르코늄(Zr), 니오븀(Nb), 텔루륨(Te), 하프늄(Hf), 탄탈륨(Ta), 레늄(Re), 코발트(Co), 니켈(Ni), 로듐(Rh), 팔라듐(Pd), 이리듐(Ir), 백금(Pt), 및 이들의 합금 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있으며, 이들의 합금상을 포함할 수 있다. 상기 공융금속합금용 금속층은 구리(Cu), 니켈(Ni), 금(Au), 은(Ag), 및 팔라듐(Pd) 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있으며, 이들의 합금상을 포함할 수 있다. 상기 칼코젠은 황(S), 셀레늄(Se), 및 텔루륨(Te) 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있다.

[0049] 상기 전이금속층을 형성하는 단계와 상기 공융금속합금용 금속층을 형성하는 단계는 각각 화학기상증착법(Cheical Vapor Deposition, CVD), 저압 CVD(Low Pressure CVD, LPCVD), 플라즈마 강화 CVD(Plasma Enhanced CVD, PECVD), 원자층 증착법(Atomic Layer Deposition, ALD), 또는 스퍼터링(sputtering) 등을 이용하여 수행할 수 있다.

[0050] 상기 칼코젠 공융금속합금을 형성하는 단계(S140) 및 상기 전이금속-칼코젠 화합물을 형성하는 단계(S150)는 상기 공융금속합금용 금속층의 종류에 따라 다양한 온도 범위에서 수행될 수 있고, 예를 들어 50°C 내지 1200°C 의 온도 범위에서 수행될 수 있다. 예를 들어, 상기 공융금속합금용 금속층이 구리인 경우에는 300°C 내지 700°C 의 온도 범위에서 수행될 수 있다. 상기 온도 범위는 공융금속합금을 형성하는 온도 범위에 해당되며, 상기 제1 전이금속이 상기 칼코젠 공융금속합금 내로 확산을 가능하게 하는 온도 범위에 해당된다. 또한, 상기 칼코젠 공융금속합금을 형성하는 단계 및 상기 전이금속-칼코젠 화합물을 형성하는 단계는 0분 초과 내지 1시간 범위에서 수행될 수 있고, 예를 들어 10분 정도에서 수행될 수 있다. 상기 0분 초과라는 의미는 챔버의 온도를 원하는 합성온도에 도달하는 즉시, 떨어뜨리는 방법을 의미한다.

[0051] 이와 같이 형성한 상기 전이금속-칼코젠 화합물은 일차원 구조를 가질 수 있다. 또한, 상기 전이금속-칼코젠 화합물은 WTe_2 , MoTe_2 , 및 $\text{W}_x\text{Mo}_{1-x}\text{Te}_2$ (여기에서, $0 < x < 1$) 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있다.

[0052] 도 4는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 제조 방법을 설명하는 모식도이다.

[0053] 도 4를 참조하면, 실리콘 산화물(SiO_2)/실리콘(Si) 기판 상에 상기 전이금속층으로서 텅스텐(W)층을 형성하고, 상기 텅스텐층 상에 상기 공융금속합금층으로서 구리(Cu)층을 형성한다. 상기 텅스텐층을 대신하여 몰리브덴층을 형성하는 경우도 본 발명의 기술적 사상에 포함되며, 텅스텐/몰리브덴 다층박막을 형성하는 경우도 본 발명의 기술적 사상에 포함된다. 또한, 상기 구리층을 대신하여 니켈층, 금층, 은층, 팔라듐층, 또는 구리-니켈과 같은 다양한 합금층을 형성하는 경우도 본 발명의 기술적 사상에 포함되며, 이 외의 촉매용 금속 및 합금층을 포함할 수 있다. 이어서, 상기 칼코젠으로서, 텔루륨을 기체 상태로써 제공하여 상기 구리층의 구리와 상기 텔루륨이 반응하여 상기 칼코젠 공융금속합금으로서 Cu_xTe_y 을 형성한다. 여기에서, "x"와 "y"는 구리와 텔루륨의 조성에 따라 변화될 수 있다. 또한, 상기 텔루륨을 대신하여 황 또는 셀레늄을 이용하는 경우도 본 발명의 기술적 사상에 포함된다. 이어서, 상기 텅스텐이 상기 칼코젠 공융금속합금 내로 확산하여 상기 칼코젠 공융금속합금에 포함된 상기 텔루륨과 상기 텅스텐이 반응하여 나노 벨트(nanobelt) 형상의 나노 구조체의 전이금속-칼코젠 화합물을 형성한다. 이러한 전이금속-칼코젠 화합물은, 예를 들어 WTe_2 , MoTe_2 , $\text{W}_x\text{Mo}_{1-x}\text{Te}_2$ 일 수 있다.

[0054] 여기에서, 상기 전이금속-칼코젠 화합물을 형성하는 과정에서, 구리 등의 물질과 텔루륨과 같은 칼코젠 물질을 액상의 칼코젠 공융금속합금을 형성하고, 이에 따라 상기 칼코젠 물질이 산소와 반응하거나 기화되는 것을 방지할 수 있다. 상기 칼코젠 물질은 상술한 바와 같이 황, 셀레늄, 및 텔루륨을 이용할 수 있고, 텔루륨의 경우가 가장 우수한 특성을 가짐을 확인하였다. 또한, 상기 제1 전이금속은 모든 종류의 전이금속을 이용할 수 있고, 텅스텐 및 몰리브덴의 경우가 가장 우수한 특성을 가짐을 확인하였다. 또한 텅스텐/몰리브덴 다층박막을 도입한 경우, 조성조절이 가능한 $\text{W}_x\text{Mo}_{1-x}\text{Te}_2$ 을 형성함을 확인하였다.

[0055] 도 5는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 제조

방법에서 칼코젠 공융금속합금에 대한 상태도 및 해당 화합물의 성장이 가능한 온도구간을 표시한 그래프이다.

- [0056] 도 5를 참조하면, 상기 칼코젠 공융금속합금으로서 구리와 텔루륨의 상태도(phase diagram)가 나타나있다. 상기 상태도에서, 텔루륨의 함량이 많은 Cu_xTe_y (copper telluride)는 반응공정 중 유동성있는 액체 방울(liquid droplet) 형태로서 존재하게 된다. 이러한 특성은 비록 상온에서 구리/텅스텐 계는 서로 혼합되지 않는 비혼합계(immiscible system)로 나타나지만, 구리의 용융점(melting temperature)에서는 표면 근처에서 구리와 텅스텐 간 혼합이 되는 현상과 유사한 효과를 Cu_xTe_y/W 계 또는 Cu_xTe_y/Mo 계에서 나타나게 한다. 뿐만 아니라 상온에서 증착된 텅스텐 또는 몰리브덴 박막은 다수의 점 결함, 선 결함, 격자결함 및 기공 결함 같은 많은 결함들이 가지게 된다. 이러한 결함들에 의하여 텅스텐 또는 몰리브덴의 용융온도보다 매우 낮은 온도에서도 Cu_xTe_y/W 계면 또는 Cu_xTe_y/Mo 계면에서 상호확산(intermixing) 층을 형성하게 되고, 이에 따라 Cu_xTe_y 기반 액체 방울 내에서의 텅스텐-텔루륨 결정 또는 몰리브덴-텔루륨 결정이 석출되어, 고순도, 화학량론적비가 맞는 텔루륨 계열의 단결정 1차원 전이금속-칼코젠 화합물 나노구조체가 성장할 수 있다. 이와 더불어, 전이금속-칼코젠 화합물은 땀글링 결합(dangling bond)이 없는 표면특성을 가지므로, 표면/계면 에너지의 최소화를 위한 자기조립 현상에 기반한 고방위 방향을 가지는 나노 구조체가 성장할 수 있다.
- [0057] 이와 더불어, 종래에는 텅스텐이나 몰리브덴의 박막 표면에서의 자연적인 산화 현상에 따른 산화층의 형성으로 텅스텐-텔루륨 사이 또는 몰리브덴-텔루륨 사이의 반응이 저하되어 텅스텐-텔루륨 결정 또는 몰리브덴-텔루륨 결정의 형성이 어려웠으나, 칼코젠 공융금속합금이 텅스텐 또는 몰리브덴의 고상 소스의 산화를 방지하는 보호막의 기능을 수행함의 예측할 수 있다.
- [0058] 도 6 및 도 7은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 주사전자현미경 및 투과전자현미경 사진들이다.
- [0059] 도 6 및 도 7을 참조하면, 약 500℃ 이하의 온도에서 약 10 분의 공정 시간 동안 형성한 WTe_2 의 전이금속-칼코젠 화합물이 나타나 있다. 칼코젠 공융금속합금을 이용하는 경우, 전이금속-칼코젠 화합물이 나노 벨트 형태의 1차원 나노 구조체로서 형성되었다.
- [0060] 도 8은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물에 대한 조성 변화에 따른 X-선 회절패턴을 나타내는 그래프이다.
- [0061] 도 8을 참조하면, $(W_xMo_{1-x})Te_2$ 에 대한 X-선 회절패턴이 나타나 있다. $MoTe(x=0$ 인 경우)로부터 $WTe(x=1$ 인 경우)로 변화하여도 최대 피크가 명확하게 나타나므로 결정성이 우수함을 알 수 있다. 또한, 텅스텐의 함량이 증가함에 따라 최대 피크의 브래그 각도가 감소되었으나, 감소 정도는 몰리브덴과 텅스텐의 함량에 따라 선형 비례관계를 나타내는 것으로 분석된다. 따라서, 상술한 전이금속-칼코젠 화합물의 제조 방법을 이용하면, $(W_xMo_{1-x})Te_2$ 에 대하여 몰리브덴과 텅스텐을 다양한 조성 비율로서 함유한 전이금속-칼코젠 화합물을 형성할 수 있다. 또한, 상기 전이금속-칼코젠 화합물은 불순물이나 결함이 최소화된 나노 단결정을 형성함을 알 수 있다.
- [0062] 텔루륨계 전이금속-칼코젠 화합물을 이용한 차세대 초저전력 정보소자 응용성 확대를 위해서는 필수적인 중요 기술적 요소로서, 도핑 기술, (W, Mo) 원소들이 섞인 $(W_xMo_{1-x})Te_2$ 화합물 성장기술, 및 화합물 내에 텅스텐/몰리브덴 비율 조절에 따른 물리적 특성의 제어 기술이 개발되어야 한다. 그러나, 종래의 전이금속-칼코젠 화합물 성장방법으로는 이러한 개발을 이룰 수 없었지만, 상술한 제조 방법에 따르면, 고함량 텔루륨 구리(또는 니켈)에 대한 전이금속-칼코젠 화합물의 제조 방법을 제공하여 상기 개발이 용이하게 실현 가능할 것으로 기대된다. 예를 들어, 선증착된 텅스텐 또는 몰리브덴 박막 위에 도핑하고자 하는 이질 원소를 전자빔 증착이나 스퍼터링 등을 이용하여 증착하거나 텅스텐과 몰리브덴을 교차 증착방법을 통해 텅스텐/몰리브덴 다층 박막을 형성하여, 성장 공정 시 유동성 구리-텔루륨 공융금속합금 또는 니켈-텔루륨 공융금속합금 기지 내에 주입되는 반응원소들을 조절 및 제어함으로써, 이에 따라 도핑된 텔루륨계 전이금속-칼코젠 화합물이 성장되거나, 텅스텐과 몰리브덴이 섞인 $(W_xMo_{1-x})Te_2$ 화합물이 성장될 수 있다. 뿐만 아니라 텅스텐/몰리브덴 다층박막의 각각의 텅스텐이나 몰리브덴 박막의 두께 조절을 통하여 전이금속-칼코젠 화합물 내의 텅스텐/몰리브덴의 비율을 제어할 수 있다.
- [0063] 도 9는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 1차원 형상을 갖는 전이금속-칼코젠 화합물에 대한 성장 시간에 따른 치수 변화를 나타내는 그래프이다.
- [0064] 도 9를 참조하면, 상기 전이금속-칼코젠 화합물로서 WTe_2 나노 벨트에 대한 결과가 나타나 있다. 반응 시작 후

10분 까지는 성장이 촉진되어 두께(thickness), 폭(width), 및 길이(length) 모두 급격하게 증가하였다. 반응 시간이 10분이 경과된 후에는 두께, 폭, 및 길이 모두 거의 변화하지 않았다. 따라서, 10분 정도의 매우 짧은 반응 시간으로 전이금속-칼코젠 화합물을 형성할 수 있음을 알 수 있다.

- [0065] 도 10은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 두께에 따른 비저항의 관계를 나타내는 그래프이다.
- [0066] 도 10을 참조하면, 상기 전이금속-칼코젠 화합물로서 WTe_2 나노 벨트에 대한 결과가 나타나 있다. 상기 전이금속-칼코젠 화합물의 두께가 4.7 nm, 15 nm, 및 27 nm로 증가함에 따라 비저항이 증가하였다. 또한, 온도에 대하여는 거의 동일한 수치를 나타내었으나, 두께가 얇으면 (4.7 nm의 경우임) 온도가 증가됨에 따라 비저항이 다소 감소되는 경향을 나타내었고, 두께가 두꺼우면 (27 nm의 경우임) 온도가 증가됨에 따라 비저항이 다소 증가되는 경향을 나타내었다.
- [0067] 도 11은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물에 대한 온도와 비저항의 관계를 나타내는 그래프이다.
- [0068] 도 11을 참조하면, 상기 전이금속-칼코젠 화합물로서 4.7 nm 두께의 WTe_2 나노 벨트에 대한 결과가 나타나 있다. 온도에 따른 저항 값의 변화는 두 개의 특징적인 선형 관계를 나타내며, 고온에서는 E_a 가 6.3 meV인 선형 관계, 저온에서는 E_a 가 -0.76 meV인 선형관계를 나타내었다.
- [0069] 도 12는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물에 대한 전기적 특성을 측정하기 위한 장치이다.
- [0070] 도 12를 참조하면, 1차원 전이금속-칼코젠 화합물(WTe_2 나노 벨트)로 구성된 4 개의 전극을 은/구리의 금속과 접촉시키고, 4점 측정을 통한 전류와 전압을 측정하여 전기적 특성들을 측정하였다.
- [0071] 이하에서는, 낮은 전기장을 인가한 경우의 전기적 특성 결과를 도 13 및 도 14을 참조하여 설명하기로 한다.
- [0072] 도 13은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 두께 변화에 따라 측정한 전기장과 전류밀도의 관계를 나타내는 그래프이다.
- [0073] 도 13을 참조하면, 상기 전이금속-칼코젠 화합물로서 WTe_2 나노 벨트에 대한 결과가 나타나 있다. 모든 경우에 대하여 전기장이 증가함에 따라 전류밀도가 증가하였다. 그러나, 상기 전이금속-칼코젠 화합물이 9.7 nm의 두께를 가지는 경우, 기울기가 가장 크게 나타났고, 13 nm, 15 nm, 및 48 nm로 상기 전이금속-칼코젠 화합물의 두께가 증가됨에 따라 기울기는 감소되었다. 두께 9.7 nm에 비하여 작은 4.7 nm 두께인 경우의 기울기는 13 nm 두께인 경우의 기울기와 거의 유사한 크기로 나타났다.
- [0074] 도 14는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물에 대한 두께에 따른 비저항 및 전류밀도의 관계를 나타내는 그래프이다.
- [0075] 도 14를 참조하면, 상기 전이금속-칼코젠 화합물로서 WTe_2 나노 벨트에 대한 결과가 나타나 있다. 상기 전이금속-칼코젠 화합물의 두께에 대하여 비저항과 전류밀도는 거의 변화되지 않음을 알 수 있다. 다만, 상기 두께가 20 nm를 초과하는 경우에는 전류밀도는 다소 감소하는 경향이 있고, 비저항은 다소 증가되는 경향이 나타났다.
- [0076] 이하에서는, 높은 전기장을 인가한 경우의 전기적 특성 결과를 도 15 내지 도 18을 참조하여 설명하기로 한다.
- [0077] 도 15는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 분위기 변화에 따른 전기장과 전류밀도의 관계를 나타내는 그래프이다.
- [0078] 도 15를 참조하면, 상기 전이금속-칼코젠 화합물로서 WTe_2 나노 벨트에 대한 결과가 나타나 있다. 전기장이 증가함에 따라 전류밀도가 증가하지만, 일정한 지점에서 전류밀도가 급격하게 저하되는 항복 현상이 발생한다. 상기 전이금속-칼코젠 화합물의 두께가 4.5 nm의 결과와 13 nm의 결과를 비교하면, 두 경우 모두 공기 노출된 경우이며, 상기 두께가 작을수록, 상기 항복 지점이 높은 전기장과 높은 전류밀도에서 나타난다. 또한, 공기 노출(air exposure)되고 두께 13 nm인 결과와 덮개층 장착(capped)되고 두께 15 nm와 비교하면, 덮개층이 장착된 경우에 상기 항복 지점이 높은 전기장과 높은 전류밀도에서 나타난다. 또한, 공기 노출된 두께 4.5 nm인 전이금속-칼코젠 화합물의 경우, 최대 100 MA/cm^2 에 가까운 매우 높은 항복전류밀도 값을 나타내는데 이는 현 구리 기반 전기배선 소재의 항복전류밀도에 비해 10 배 이상, 예를 들어 10 배 내지 100 배 이상의 우수한 값으로

추후 해당소재의 전자소자 내 전기배선으로의 높은 응용가능성을 가짐을 나타낸다.

- [0079] 도 16은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 분위기 변화에 따른 두께와 항복전류밀도의 관계를 나타내는 그래프이다.
- [0080] 도 16을 참조하면, 상기 전이금속-칼코젠 화합물로서 WTe_2 나노 벨트에 대한 결과가 나타나 있다. 상기 전이금속-칼코젠 화합물의 두께(H)가 감소할수록 항복전류밀도가 증가됨을 알 수 있다. 공기 노출(air exposure), 덮개층 장착(capped), 진공(vacuum) 사이의 차이는 거의 나타나지 않고 유사한 경향을 나타내었다. 전류밀도와 전이금속-칼코젠 화합물의 높이와의 관계는 하기의 관계식 1로 나타낼 수 있다.
- [0081] <관계식 1>
- [0082] $J_B = C H^{-0.5}$
- [0083] (여기에서, J_B 는 항복전류밀도, H는 전이금속-칼코젠 화합물의 두께, C는 상수임)
- [0084] 도 17은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 분위기 변화에 따른 항복전류밀도와 비저항의 관계를 나타내는 그래프이다.
- [0085] 도 17을 참조하면, 상기 전이금속-칼코젠 화합물로서 WTe_2 나노 벨트에 대한 결과가 나타나 있다. 항복전류밀도와 비저항과의 관계는 하기의 관계식 2로 나타낼 수 있다.
- [0086] <관계식 2>
- [0087] $J_B = C \rho^{-m}$
- [0088] (여기에서, J_B 는 항복전류밀도, ρ 는 비저항, C는 상수임)
- [0089] 상기 관계식 2에서 지수 "m"은 공기 노출의 경우는 0.93, 덮개층 장착의 경우는 0.61, 진공의 경우는 0.55로 나타난다. 상기 "m" 수치의 크기에 따라 공기 노출의 경우에는 덮개층 장착 또는 진공의 경우에 비하여 파괴가 빨리 발생됨을 알 수 있다. 또한, 덮개층 장착의 경우는 진공의 경우에 비하여 파괴가 빠르게 발생한다.
- [0090] 도 18은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 구성하는 전이금속-칼코젠 화합물의 분위기 변화에 따른 인가 전력과 파괴 직전 온도의 관계를 나타내는 그래프이다.
- [0091] 도 18을 참조하면, 상기 전이금속-칼코젠 화합물로서 WTe_2 나노 벨트에 대한 결과가 나타나 있다. 인가 전력(P)과 파괴 직전 온도(T_{max})의 관계는 하기의 관계식 3으로 나타낼 수 있다.
- [0092] <관계식 3>
- [0093] $T_{max} = T_0 + P/gL$
- [0094] (여기에서, T_{max} 는 파괴 직전 온도, P는 인가전력, g는 열전달계수, L은 나노 벨트의 길이임)
- [0095] 상기 관계식 3은 공기 노출, 덮개층 장착, 진공의 경우 모두에 적용될 수 있다.
- [0097] 이하에서는, 상술한 전이금속-칼코젠 화합물을 포함하는 전이금속-칼코젠 화합물 구조체에 대하여 상세하게 설명하기로 한다.
- [0098] 도 19는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법(S200)을 설명하는 흐름도이다.
- [0099] 도 20은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법(S200)을 구현한 실험 장치들을 나타내는 사진들이다.
- [0100] 도 19 및 도 20을 참조하면, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법(S200)은, 제1 전이금속을 포함하는 전이금속-칼코젠 화합물을 제공하는 단계(S210); 제2 전이금속으로 구성된 전이금속 전구체를 포함하는 전이금속 전구체 용액을 형성하는 단계(S220); 상기 전이금속 전구체 용액에 상기 전이금속-칼코젠 화합물을 투입하는 단계(S230); 및 상기 전이금속 전구체로부터 상기 제2 전이금속의 이온들이 환원되고, 상기 환원된 제2 전이금속

이 상기 전이금속-칼코젠 화합물에 중간 삽입되어 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 형성하는 단계(S240)를 포함한다.

[0101] 또한, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 제조 방법(S200)은, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 형성하는 단계(S240)를 수행한 후에, 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 세정하는 단계(S250);를 더 포함할 수 있다.

[0102] 상기 제1 전이금속을 포함하는 전이금속-칼코젠 화합물을 제공하는 단계(S210)는, 도 3을 참조하여 상술한 전이금속-칼코젠 화합물의 제조 방법(S100)에 의하여 형성된 상기 전이금속-칼코젠 화합물을 제공함으로써 이루어질 수 있다. 구체적으로, 상기 전이금속-칼코젠 화합물은 Cu_xTe_y 등의 공정 합금을 응용한 기상합성법을 통하여 형성할 수 있다. 상기 전이금속-칼코젠 화합물은, 예를 들어 SiO_2/Si 기판 상에 형성된 나노 벨트의 형상을 가질 수 있다.

[0103] 상기 제2 전이금속으로 구성된 전이금속 전구체를 포함하는 전이금속 전구체 용액을 형성하는 단계(S220)를 수행하기 전에, 상기 전이금속 전구체 용액을 수용하는 용기를 세정하는 단계를 더 포함할 수 있다. 도 20의 (a)에 도시된 바와 같이, 상기 용기를 세정하는 단계는, 상기 용기를, 예를 들어 8 vol % 내지 12 vol % 범위의 질산, 예를 들어 10 vol %의 질산을 포함하는 산성 욕(acid bath)에 침지하여 세정한다. 이어서, 도 20의 (b)에 도시된 바와 같이, 상기 용기를 탈이온수에 침지하여 중성화 작업을 수행한다. 이어서, 예를 들어 55℃ 내지 65℃ 범위의 온도, 예를 들어 60℃의 온도의 오븐에서, 예를 들어 2 시간 내지 3 시간, 예를 들어 2시간 30 분 동안 건조하여 수행할 수 있다.

[0104] 상기 전이금속 전구체 용액을 형성하는 단계(S220)는, 상기 전이금속 전구체를 유기 용매에 혼합하여 수행될 수 있다. 도 20의 (c)에 도시된 바와 같이, 상기 유기 용매로서 아세톤 5 ml 에 전이금속 전구체 분말 0.05 g의 비율로 투입하고 혼합하여 수행될 수 있다.

[0105] 상기 전이금속 전구체는 분말 형상을 가질 수 있다. 상기 전이금속 전구체를 구성하는 상기 제2 전이금속은 구리 또는 코발트를 포함할 수 있다. 예를 들어, 상기 전이금속 전구체는 테트라키스(아세토니트릴) 구리(I) 헥사플루오로포스페이트 (tetrakis(acetonitrile)copper (I) hexafluorophosphate) 또는 디코발트 옥타카보닐(dicobalt octacarbonyl)을 포함할 수 있다. 형성된 상기 전이금속 전구체 용액은 산성을 가질 수 있고, 예를 들어 4 내지 5 범위의 pH를 가질 수 있다. 그러나, 상술한 물질들은 예시적이며, 본 발명의 기술적 사상은 이에 한정되는 것은 아니다.

[0106] 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 형성하는 단계(S240)는, 불활성 분위기에서 수행될 수 있고, 예를 들어 아르곤 분위기 또는 질소 분위기에서 수행될 수 있고 예를 들어 40℃ 내지 70℃ 범위의 온도에서, 예를 들어 45℃ 내지 59℃ 범위의 온도에서, 수행될 수 있다. 도 20의 (d)는 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 형성하는 단계(S240)를 수행한 장치를 예시적으로 나타낸다. 상기 전이금속 전구체 용액과 상기 전이금속-칼코젠 화합물을 수용한 둥근 플라스크를 실리콘 오일 내에 침지하여 중탕 방식으로 가열하고 온도를 유지시킨다.

[0107] 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를 형성하는 단계(S240)에서, 상기 전이금속 전구체는 불균등화 환원 반응을 통해 상기 제2 전이금속 이온들이 자발적으로 환원될 수 있다.

[0108] 상기 세정하는 단계(S250)는 상기 제2 전이금속이 중간 삽입된 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체를, 예를 들어 40℃ 내지 50℃ 범위의 온도, 예를 들어 45℃의 온도에서 준비된 아세톤 및 이소프로필알코올을 이용하여 반복적으로 세정하고, 질소가스로 건조시켜 수행될 수 있다.

[0109] 본 발명의 원리는 불균등화 환원 반응을 통해 형성된 전이금속 원자, 예를 들어 구리 원자가 상기 전이금속-칼코젠 화합물 내부로 중간 삽입(intercalation)되려는 구동력으로 설명될 수 있다. 예를 들어, 하기의 반응을 통하여, 상대적으로 높은 농도의 금속염 내 구리 1가 이온들(Cu^+)이 Cu^0 원자들(Cu zero-valent)로 변화한다.

[0110] $Cu^0 + Cu^{2+} (aq) \leftrightarrow 2Cu^+ (aq)$

[0111] 이어서, 상기 Cu^0 원자들은 용매인 아세톤에 대한 용해도가 낮으므로, 상기 전이금속-칼코젠 화합물 내로 중간 삽입되는 반응이 자발적으로 발생할 수 있다. 상기 구리 원자는 상기 전이금속-칼코젠 화합물의 반데르발스 겹 내에 삽입될 수 있다.

[0112] 도 21은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체(100)를 도시하는 모식도이다.

[0113] 도 21을 참조하면, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체(100)는, 제1 전이금속을 포함하고, 층상 구조를 가지는 전이

금속-칼코젠 화합물(110); 및 상기 전이금속-칼코젠 화합물의 층 사이에 층간 삽입된 제2 전이금속(120)을 포함한다.

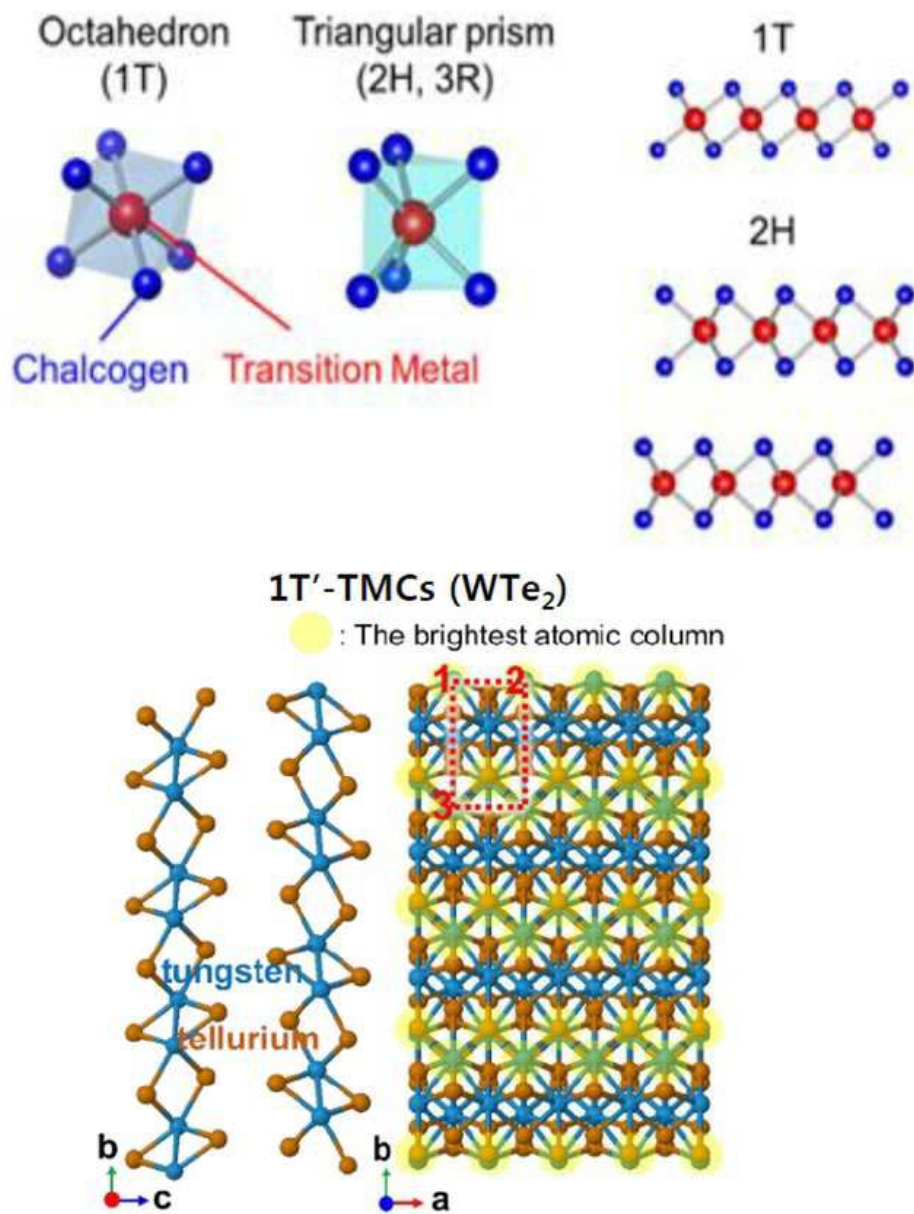
- [0114] 상기 전이금속-칼코젠 화합물은 WTe_2 , $MoTe_2$, 및 $W_xMo_{1-x}Te_2$ (여기에서, $0 < x < 1$) 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있다. 또한, 상기 제1 전이금속은 텅스텐(W), 몰리브덴(Mo), 티타늄(Ti), 바나듐(V), 지르코늄(Zr), 니오븀(Nb), 텔루륨(Te), 하프늄(Hf), 탄탈륨(Ta), 레늄(Re), 코발트(Co), 니켈(Ni), 로듐(Rh), 팔라듐(Pd), 이리듐(Ir), 백금(Pt), 및 이들의 합금 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있다. 상기 제2 전이금속은 구리(Cu) 또는 코발트(Co)를 포함할 수 있다. 상기 제2 전이금속은, 예를 들어 0 at% 초과 내지 50 at% 이하의 범위, 예를 들어 0 at% 초과 내지 30 at% 이하의 범위로 층간 삽입될 수 있다. 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체는 일차원 구조를 가질 수 있고, 상기 일차원 구조는 연장 방향으로 선형 구조를 의미한다. 상술한 물질은 예시적이며, 본 발명의 기술적 사상은 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0115] 도 22는 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체에서, 구리의 층간 삽입 전후의 구조 변화를 분석하기 위한 주사전자현미경 사진 및 조성분석을 실시한 결과들을 보여주는 그래프들이다.
- [0116] 도 22의 (a)를 참조하면, 나노 벨트 형태의 구리가 층간 삽입된 WTe_2 의 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 주사전자현미경 사진이다. 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체는 구리가 층간 삽입된 후에도, 선형 형상의 일차원 구조를 유지하고 있음을 알 수 있다.
- [0117] 도 22의 (b)를 참조하면, 구리의 층간 삽입 전후의 SEM-EDS(energy dispersive X-ray spectrum) 스펙트럼 그래프이다. 구리의 층간 삽입 후에도 WTe_2 에 해당하는 피크들이 변화가 거의 없으므로, WTe_2 의 화학 양론비가 잘 유지됨을 알 수 있다. 또한, 층간 삽입된 구리에 해당하는 피크들도 함께 잘 나타나 있다.
- [0118] 도 22의 (c)를 참조하면, 각 샘플들에 대하여 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체 내에 구리가 용이하게 층간 삽입됨을 알 수 있다. 상기 구리는 0 at% 초과 내지 30 at% 이하의 범위로 층간 삽입될 수 있다. 온도가 증가되면, 층간 삽입되는 구리의 양이 증가될 수 있다. 따라서, 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체 내의 구리의 층간 삽입은 재현성이 높음을 알 수 있다.
- [0119] 도 23은 본 발명의 일실시예에 따른 전이금속-칼코젠 화합물 구조체에서, 코발트의 층간 삽입 전후의 구조 변화를 분석하기 위한 주사전자현미경 사진 및 조성분석을 실시한 결과들을 보여주는 그래프들이다.
- [0120] 도 23의 (a)를 참조하면, 나노 벨트 형태의 코발트가 층간 삽입된 WTe_2 의 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 주사전자현미경 사진이다. 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체는 코발트가 층간 삽입된 후에도, 선형 형상의 일차원 구조를 유지하고 있음을 알 수 있다.
- [0121] 도 23의 (b)를 참조하면, 코발트의 층간 삽입 전후의 EDS 스펙트럼 그래프이다. 코발트의 층간 삽입 후에도 WTe_2 에 해당하는 피크들이 변화가 거의 없으므로, WTe_2 의 화학 양론비가 잘 유지됨을 알 수 있다. 또한, 층간 삽입된 코발트에 해당하는 피크들도 함께 잘 나타나 있다.
- [0122] 도 23의 (c)를 참조하면, 각 샘플들에 대하여 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체 내에 코발트가 용이하게 층간 삽입됨을 알 수 있다. 상기 코발트는 0 at% 초과 내지 50 at% 이하의 범위로 층간 삽입될 수 있다. 따라서, 상기 전이금속-칼코젠 화합물 구조체 내의 코발트의 층간 삽입은 재현성이 높음을 알 수 있다.
- [0123] 도 24는 본 발명의 일실시예에 따른 구리가 층간 삽입된 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 원자힘 현미경 사진 및 구리의 층간 삽입에 따른 두께 변화를 나타내는 그래프이다.
- [0124] 도 24를 참조하면, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체는 구리가 층간 삽입되기 전에는 약 18.8 nm의 두께를 가지며, 구리가 층간 삽입된 후에는 약 19.5 nm의 두께를 가짐을 알 수 있다. 그러나, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체가 있는 영역과 없는 영역 모두에서 구리의 층간 삽입 후의 두께가 균일하게 증가되었다.
- [0125] 도 25는 본 발명의 일실시예에 따른 구리가 층간 삽입된 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 라만 스펙트럼 그래프이다.
- [0126] 도 25를 참조하면, 구리의 층간 삽입 전후에 라만 스펙트럼의 변화가 거의 나타나지 않았다. 다만, 라만 스펙트럼의 강도는 구리의 층간 삽입된 후에 더 크게 나타나는 변화가 있었다.
- [0127] 도 26은 본 발명의 일실시예에 따른 구리가 층간 삽입된 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 X선 회절 패턴 그래프

프이다.

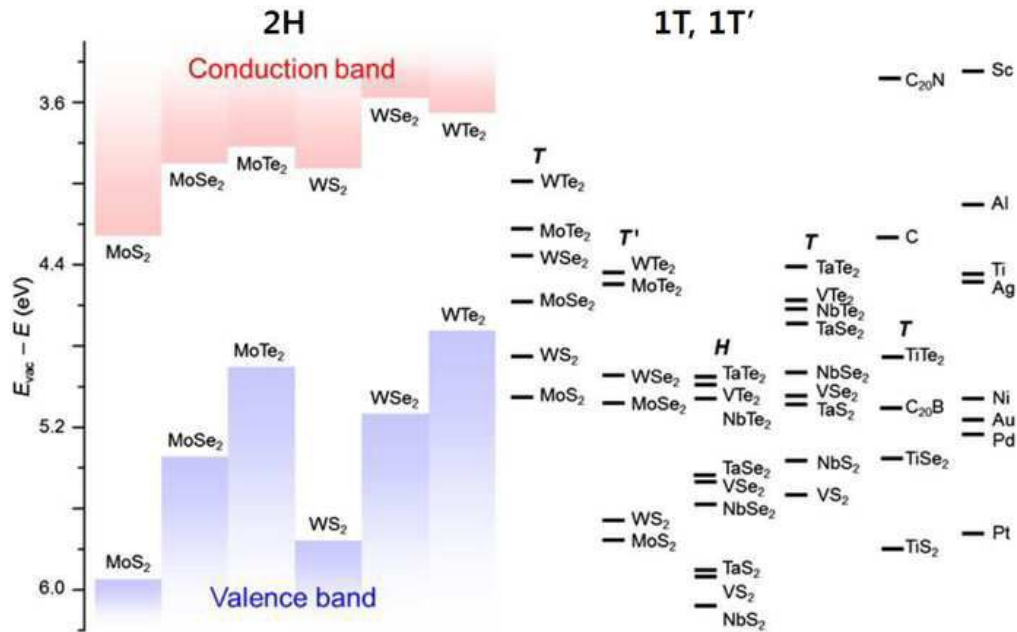
- [0128] 도 26을 참조하면, 구리의 층간 삽입 전후에 X-선 회절 패턴의 변화가 거의 나타나지 않았다. 도 26의 (b)는 WTe_2 (002) 면에 대하여 확대한 X-선 회절 패턴을 나타내며, 상기 WTe_2 에 상응하는 면들에 해당하는 패턴 신호에 있어서 반가폭이나 2θ 값에 변화가 거의 없음을 확인할 수 있다.
- [0129] 도 24 내지 도 26의 결과들로부터, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 층상 구조는 구리의 층간 삽입 후에도 큰 변화 없이 원형을 유지되는 것으로 분석된다. 이와 같이, 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 구조 변화가 거의 없는 이유는 구리 원자들이 전이금속-칼코젠 화합물의 층 사이에 층간 삽입되는 형태로서 도핑이 이루어지기 때문으로 분석된다.
- [0130] 도 27은 본 발명의 일실시예에 따른 코발트가 층간 삽입된 전이금속-칼코젠 화합물 구조체의 전기화학적 특성을 나타내는 그래프들이다.
- [0131] 도 27의 (a)를 참조하면, WTe_2 나노 벨트에 대한 LSV(Linear sweep voltage) 곡선이 도시되어 있다. 전류 밀도가 -20 mA/cm^2 에서의 과전압은 코발트 층간 삽입 전에는 372 mV 로 나타나고, 코발트 층간 삽입 후에는 362 mV 로 나타났다. 따라서, 코발트 층간 삽입 후에 과전압 값이 감소하였다.
- [0132] 도 27의 (b)를 참조하면, WTe_2 나노 벨트에 대한 전기화학 임피던스 그래프가 도시되어 있다. 전하 전송 저항(charge-transfer resistance, R_{ct})은 코발트 층간 삽입 전에는 24.2 Ω 로 나타나고, 코발트 층간 삽입 후에는 19.0 Ω 으로 나타났다. 따라서, 코발트 층간 삽입 후에 전하 전송 저항 값이 감소하였다. 이러한 결과를 통하여, 코발트가 층간 삽입된 후에 다 높은 수준으로 전하 이동이 가능하며, 이에 따라 전기전도도가 증가될 것으로 분석된다. 또한, 코발트를 대신하여 구리를 층간 삽입한 경우에도 전기전도도의 증가가 예상된다.
- [0133] 이상에서 설명한 본 발명의 기술적 사상이 전술한 실시예 및 첨부된 도면에 한정되지 않으며, 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위 내에서 여러 가지 치환, 변형 및 변경이 가능하다는 것은, 본 발명의 기술적 사상이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어 명백할 것이다.

도면

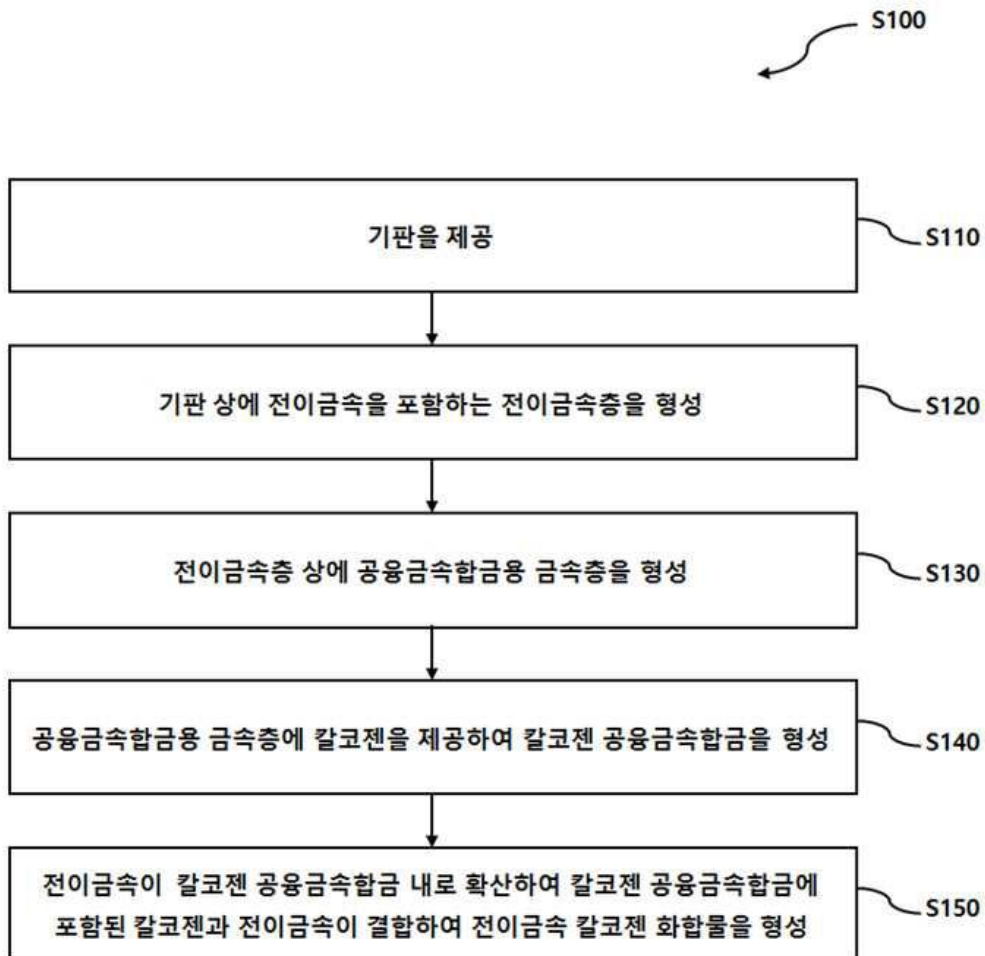
도면1



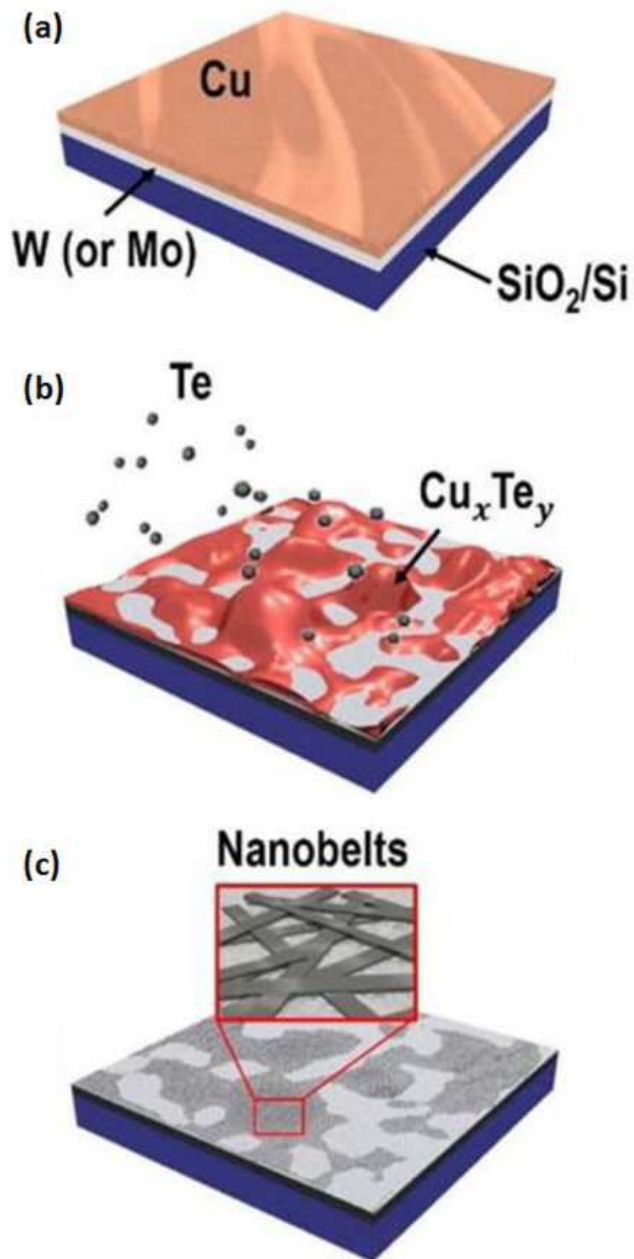
도면2



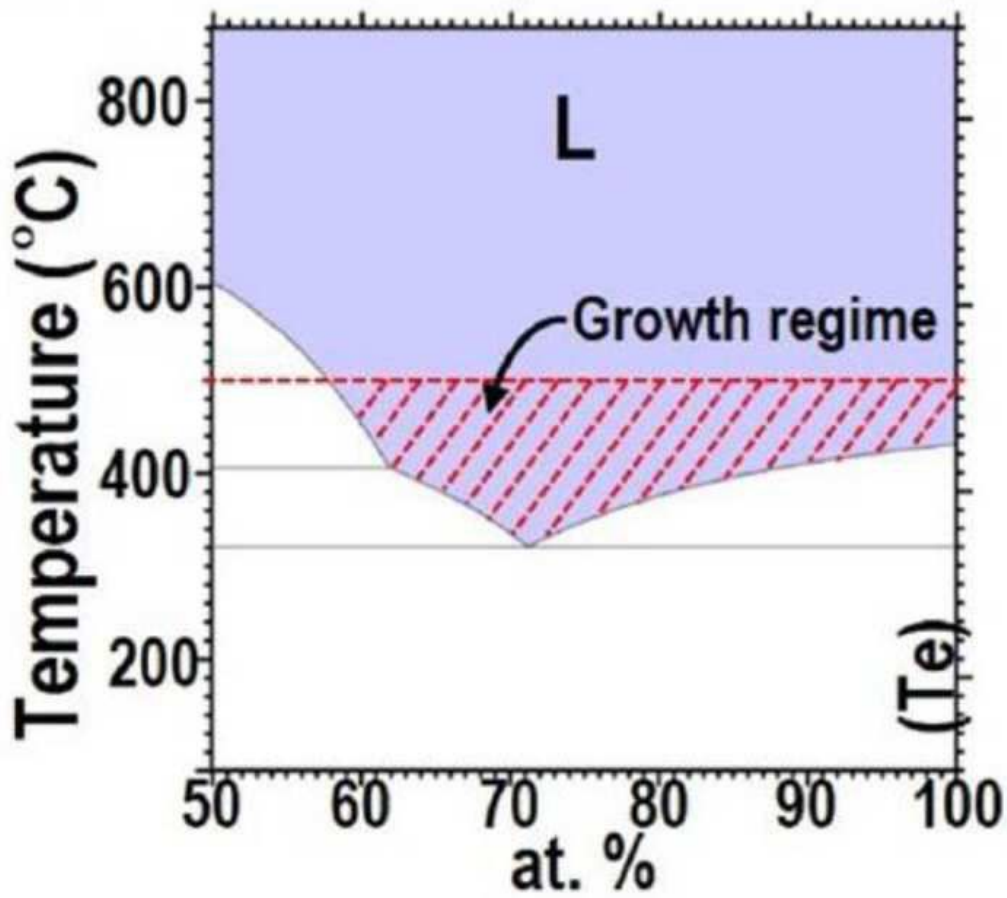
도면3



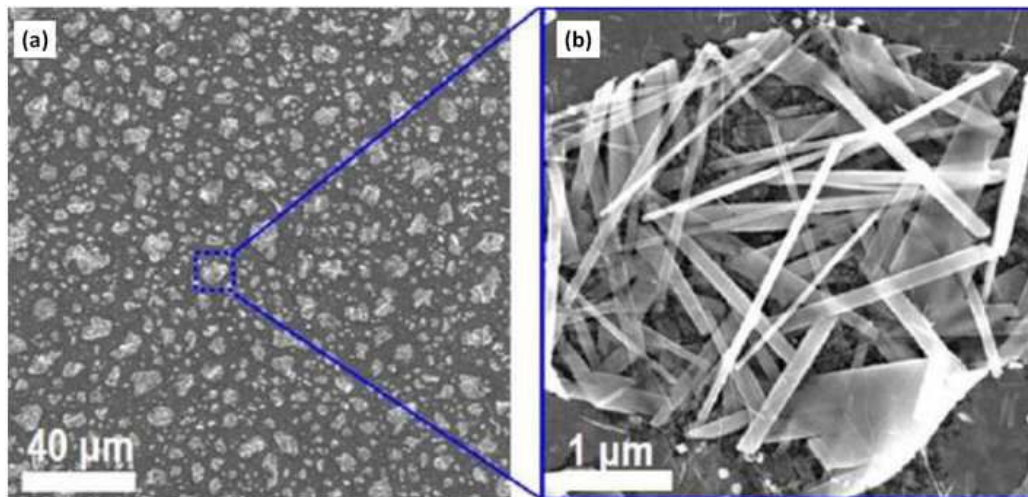
도면4



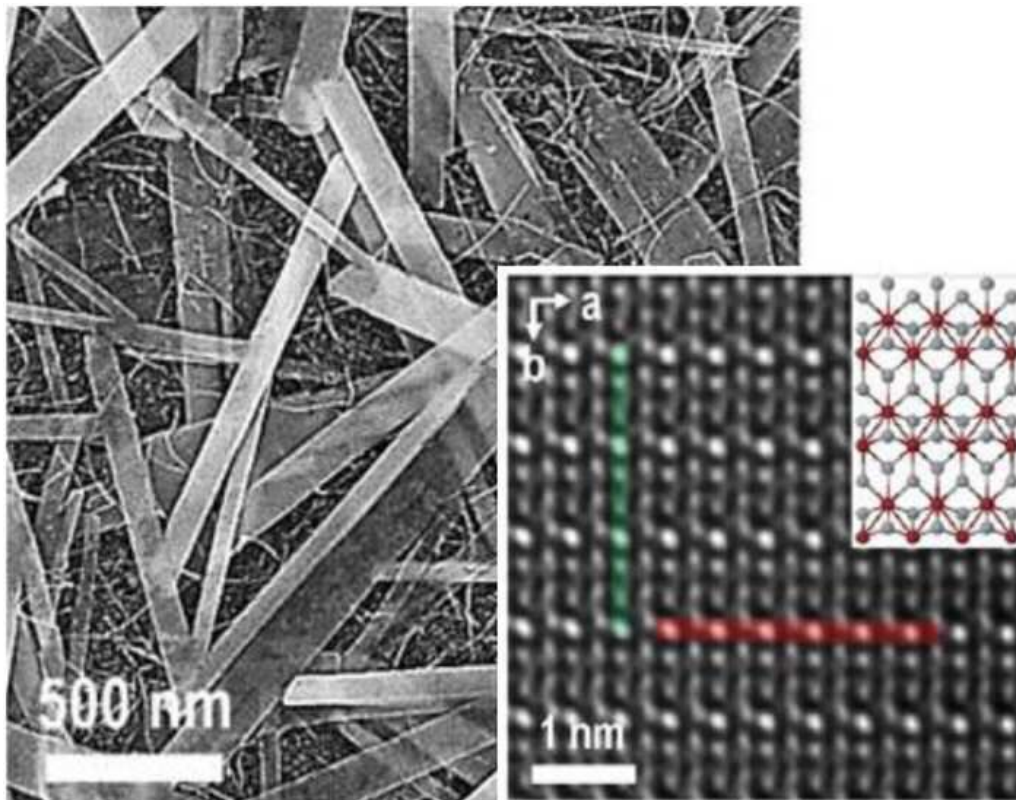
도면5



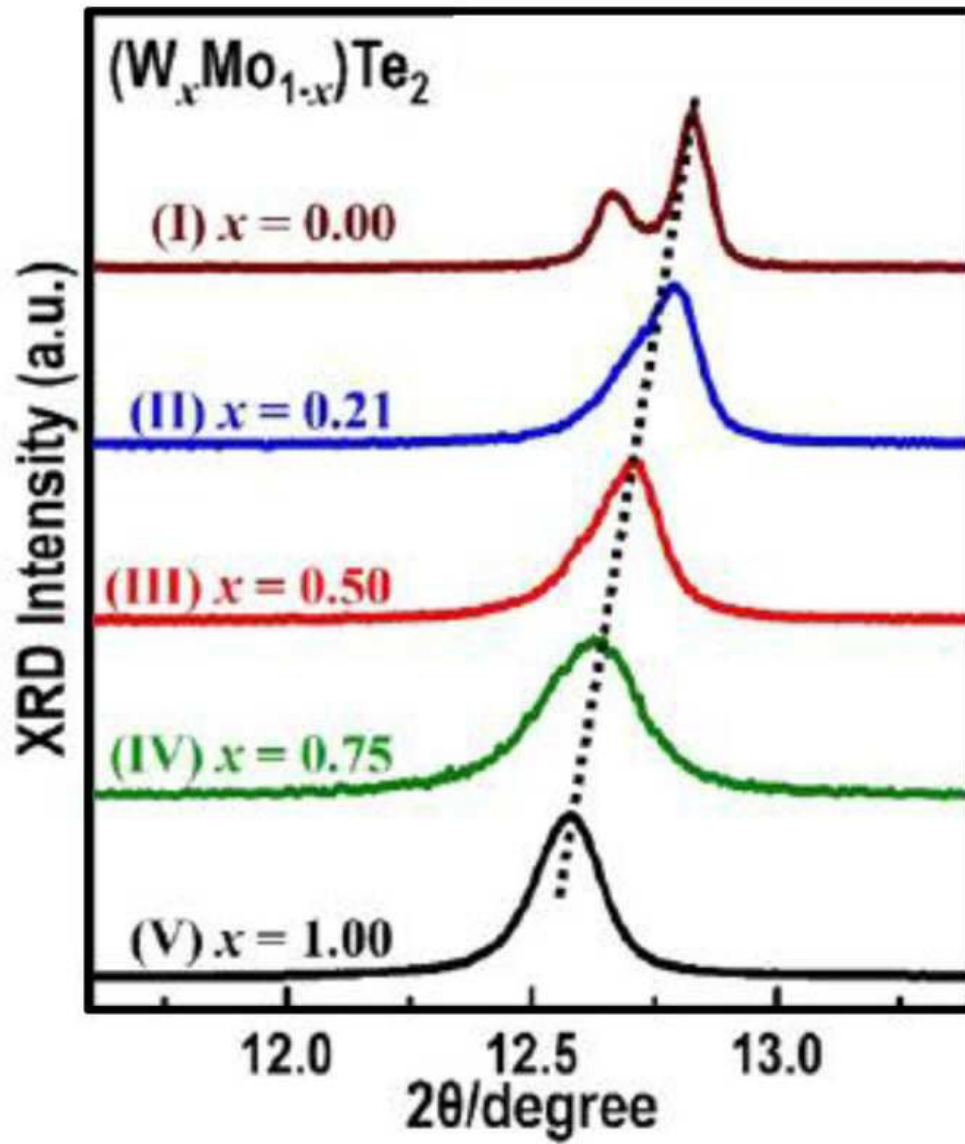
도면6



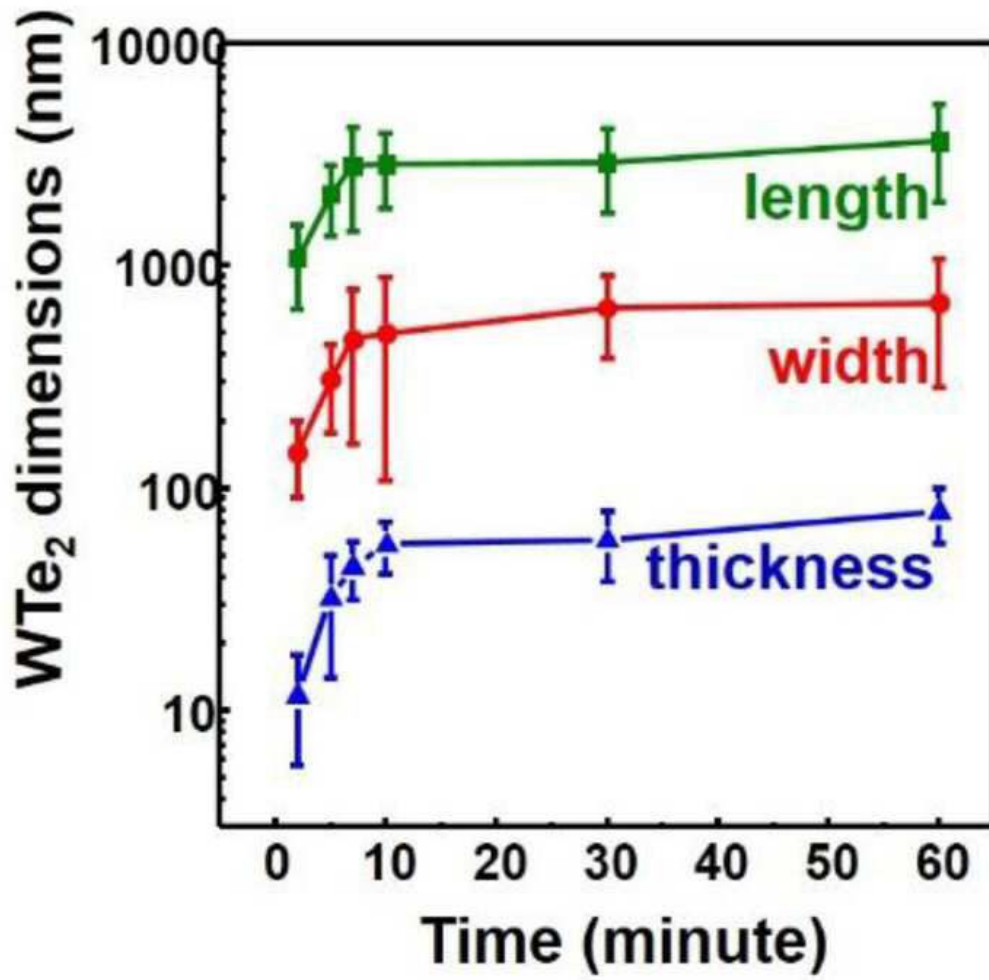
도면7



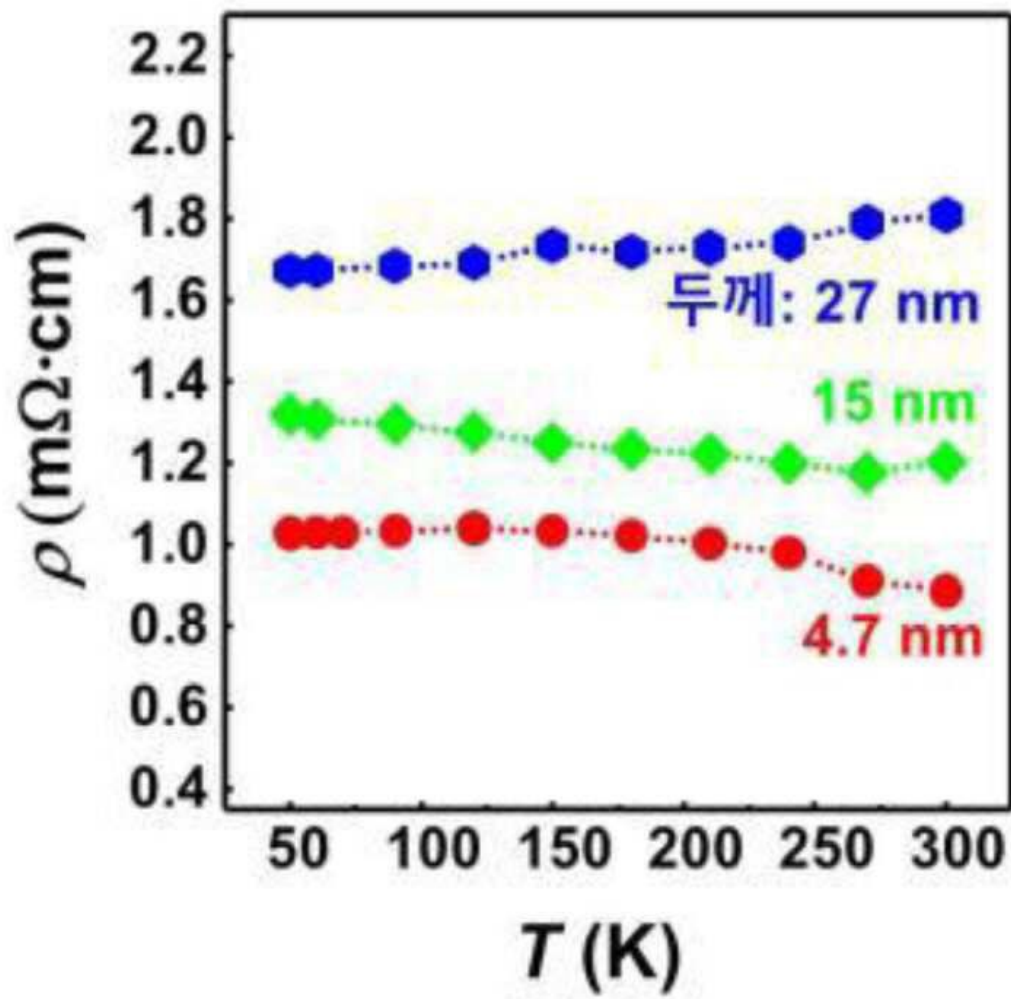
도면8



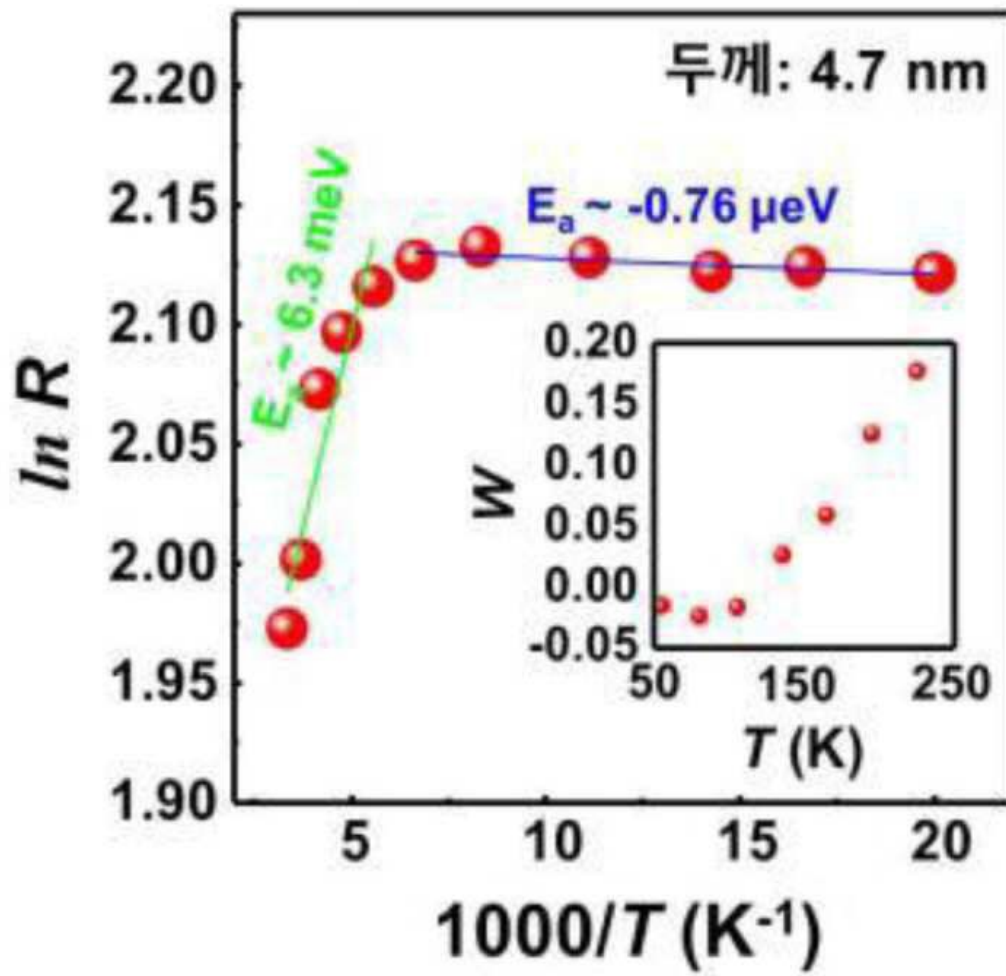
도면9



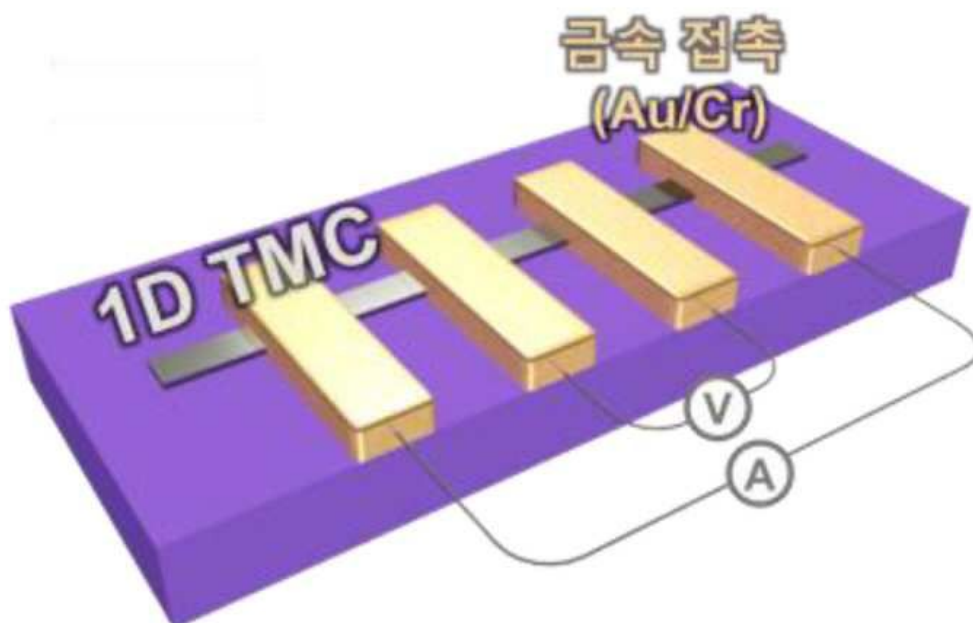
도면10



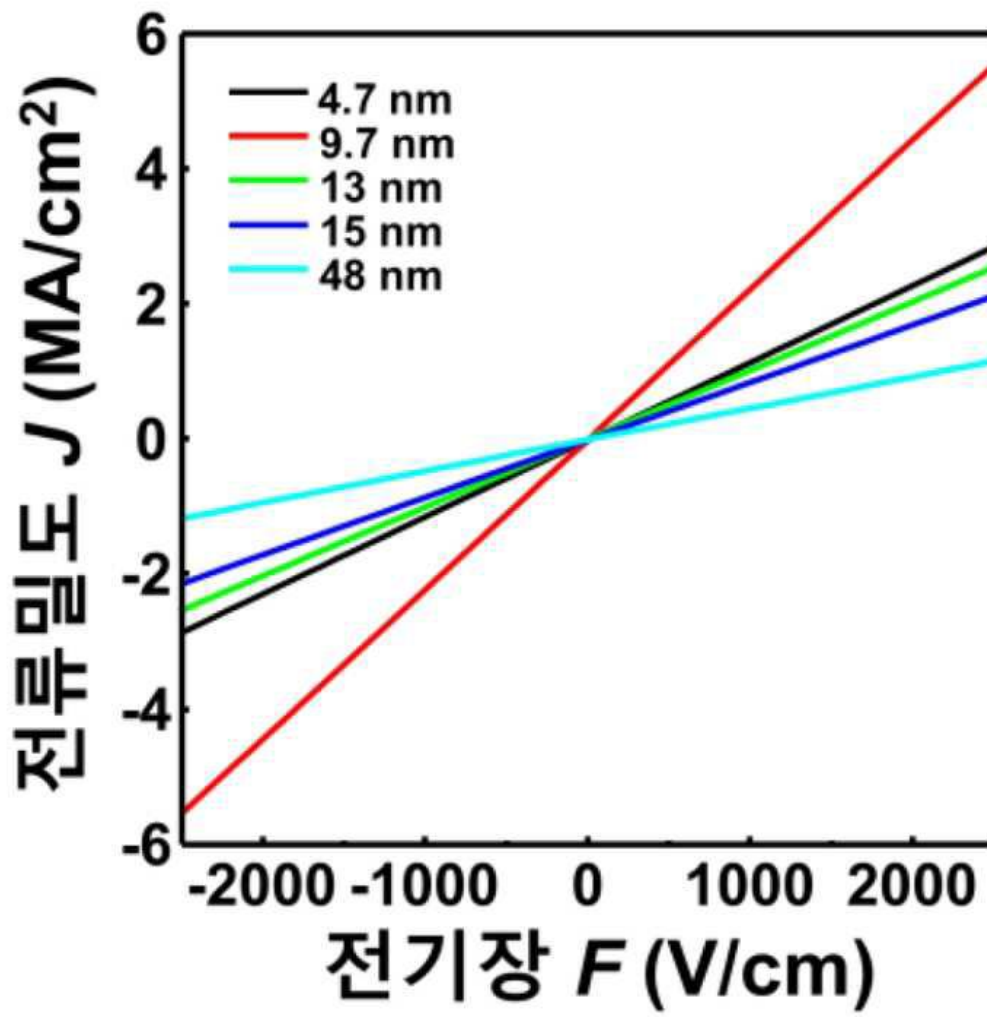
도면11



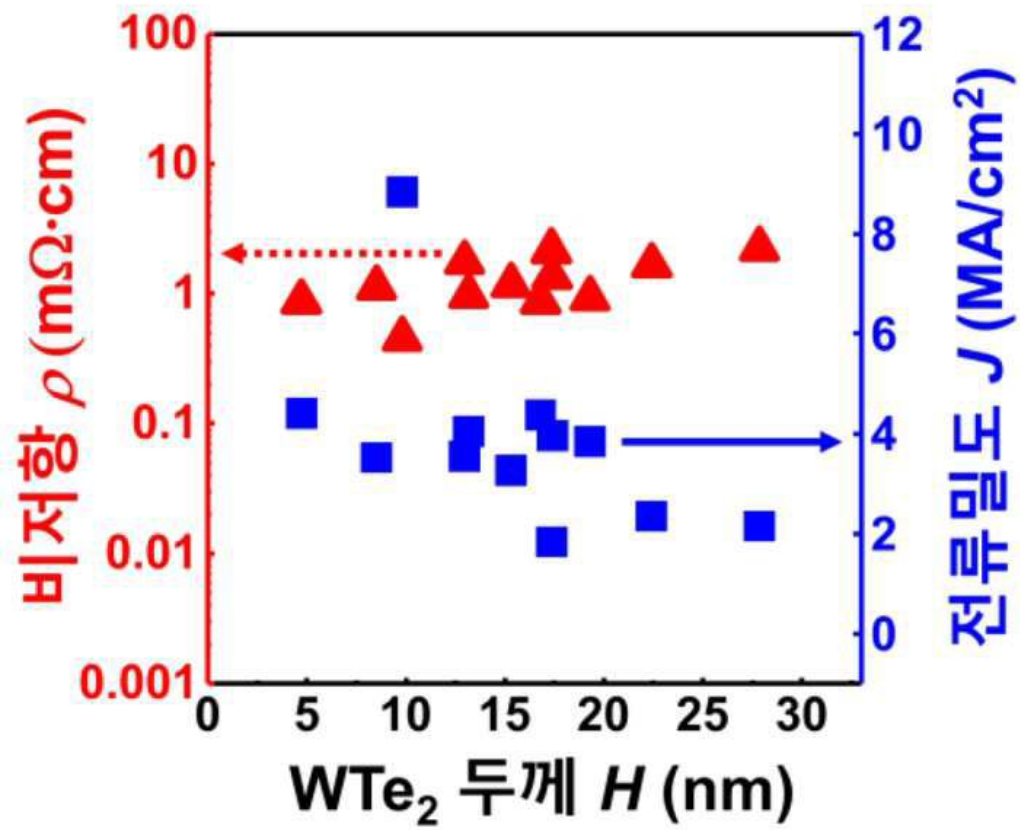
도면12



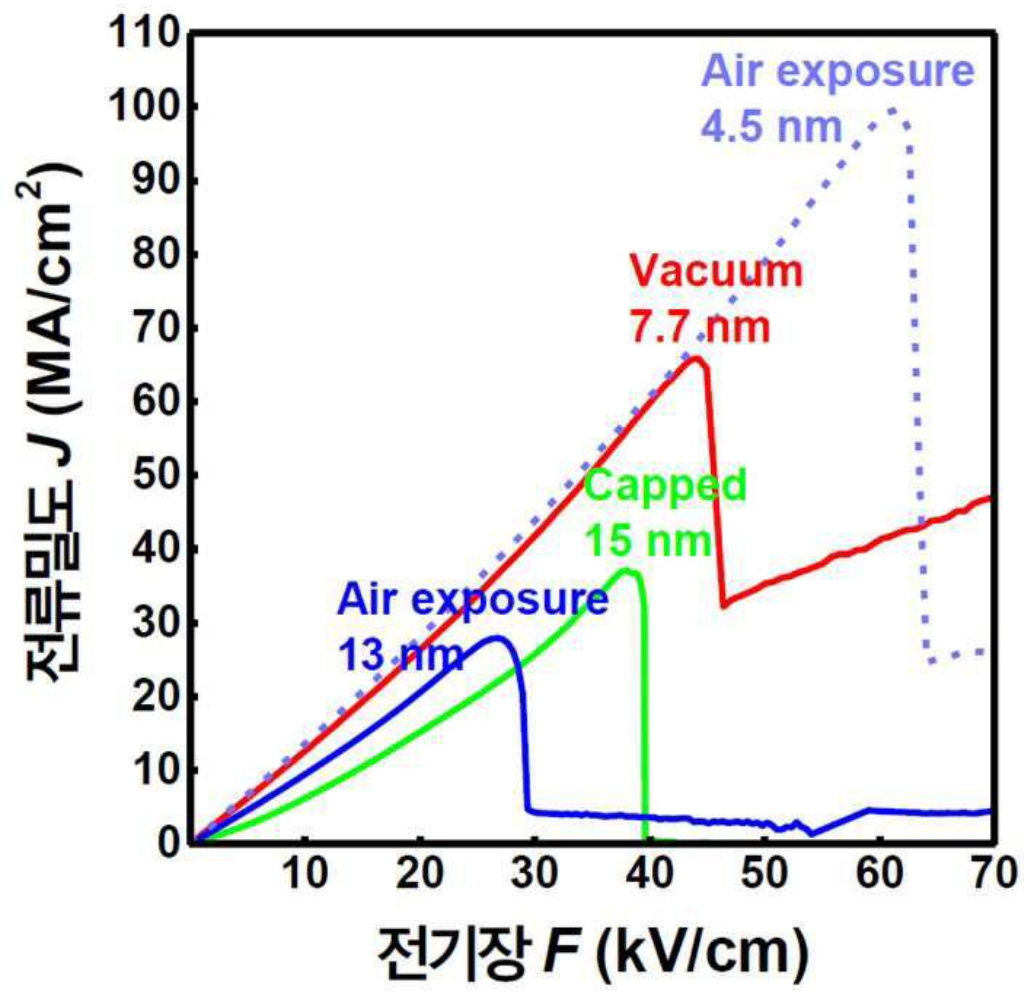
도면13



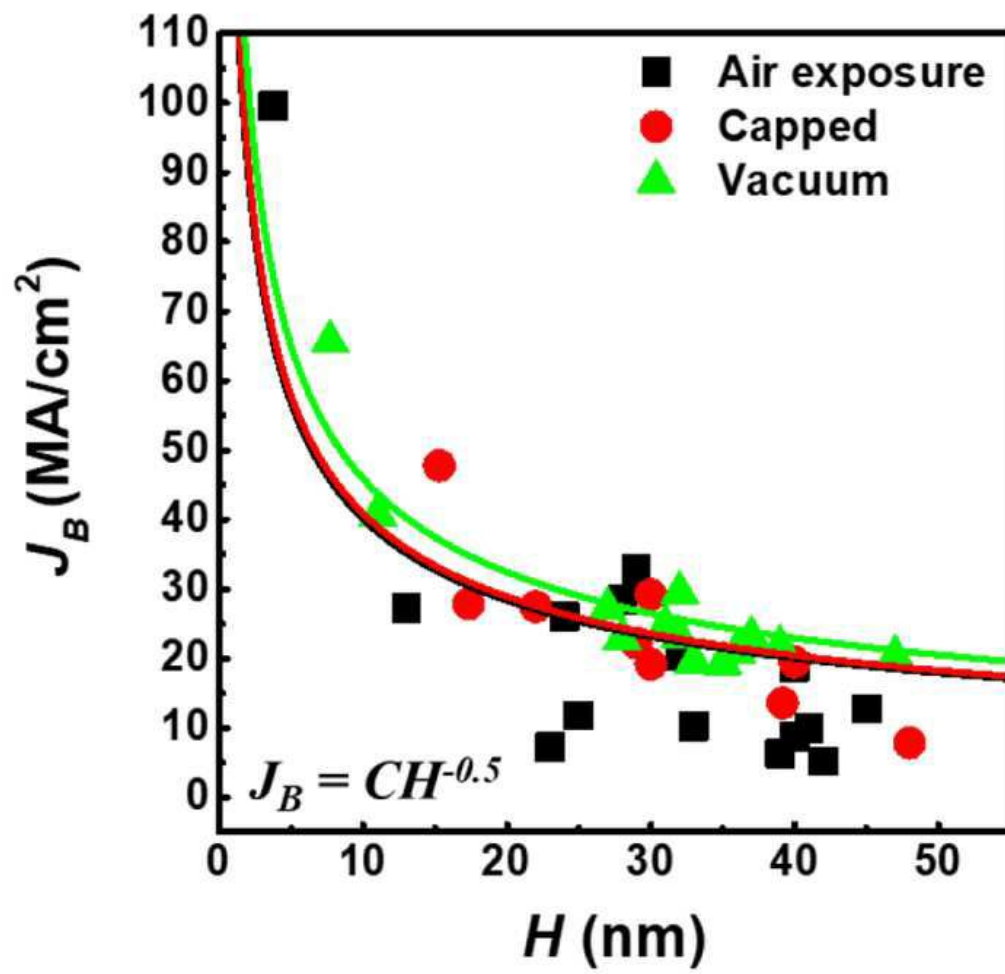
도면14



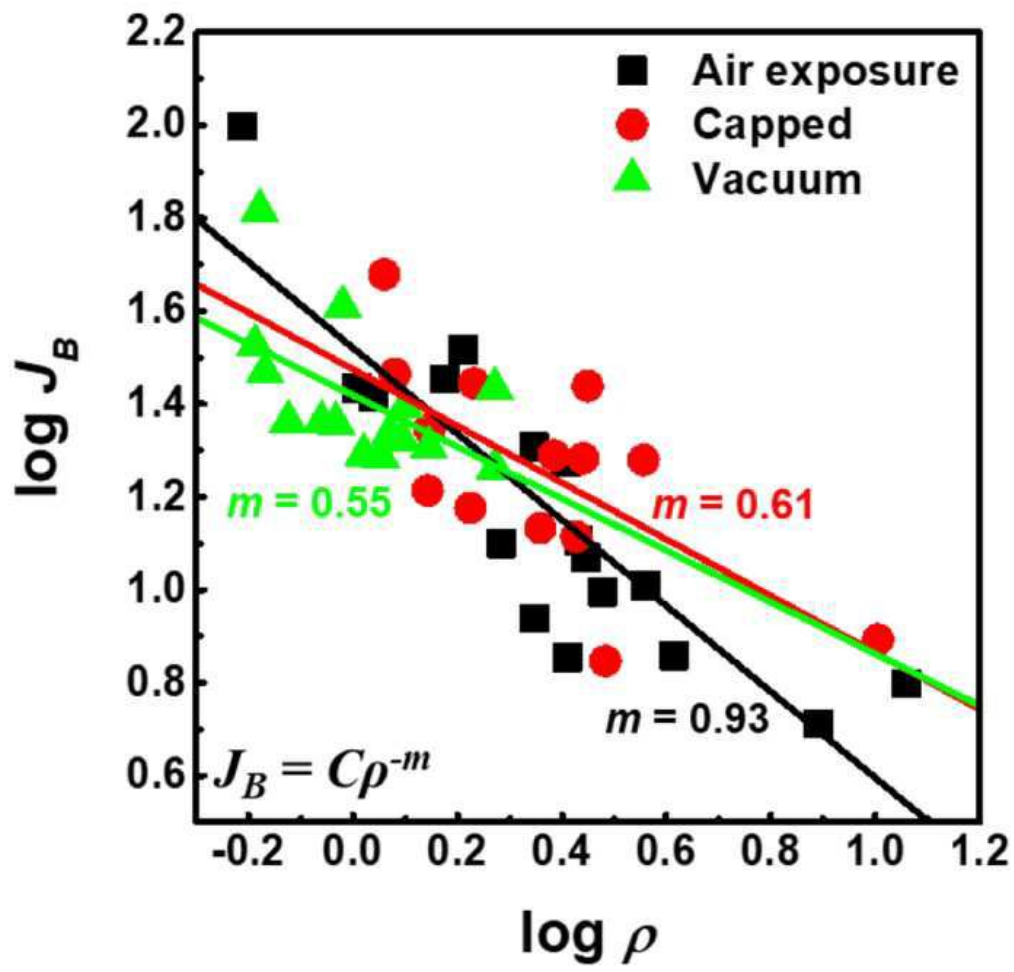
도면15



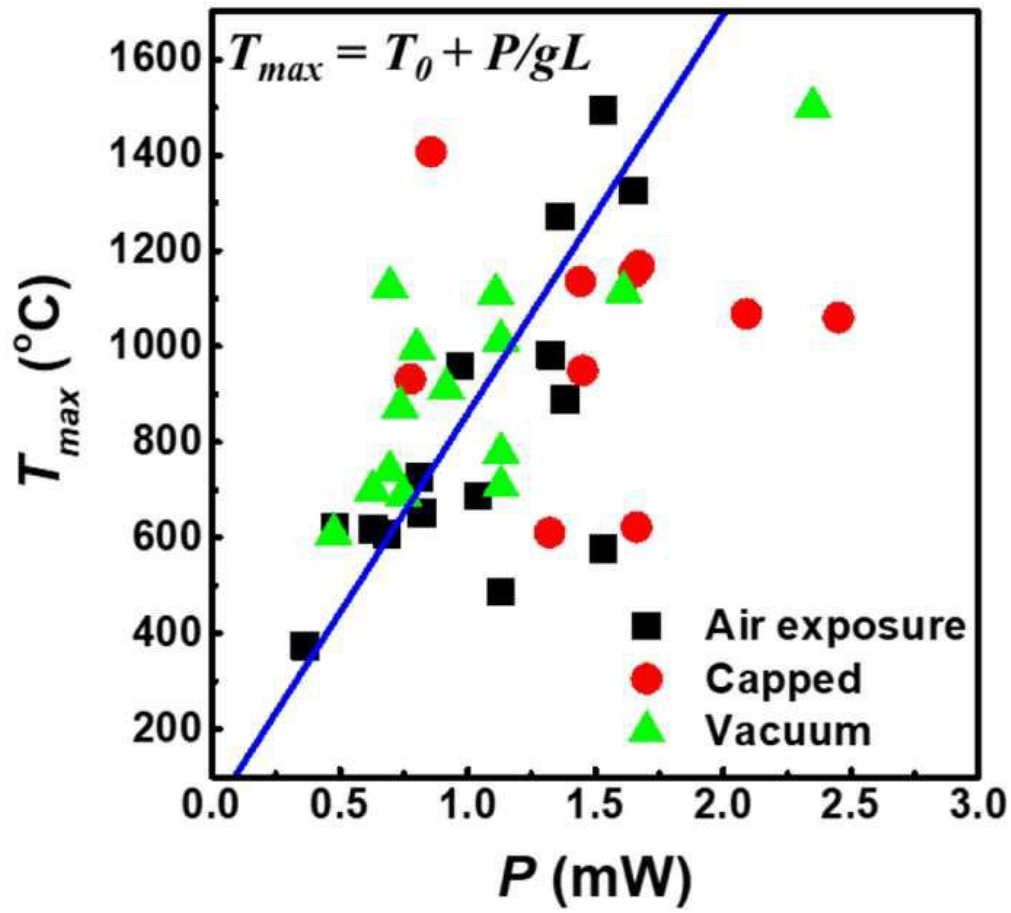
도면16



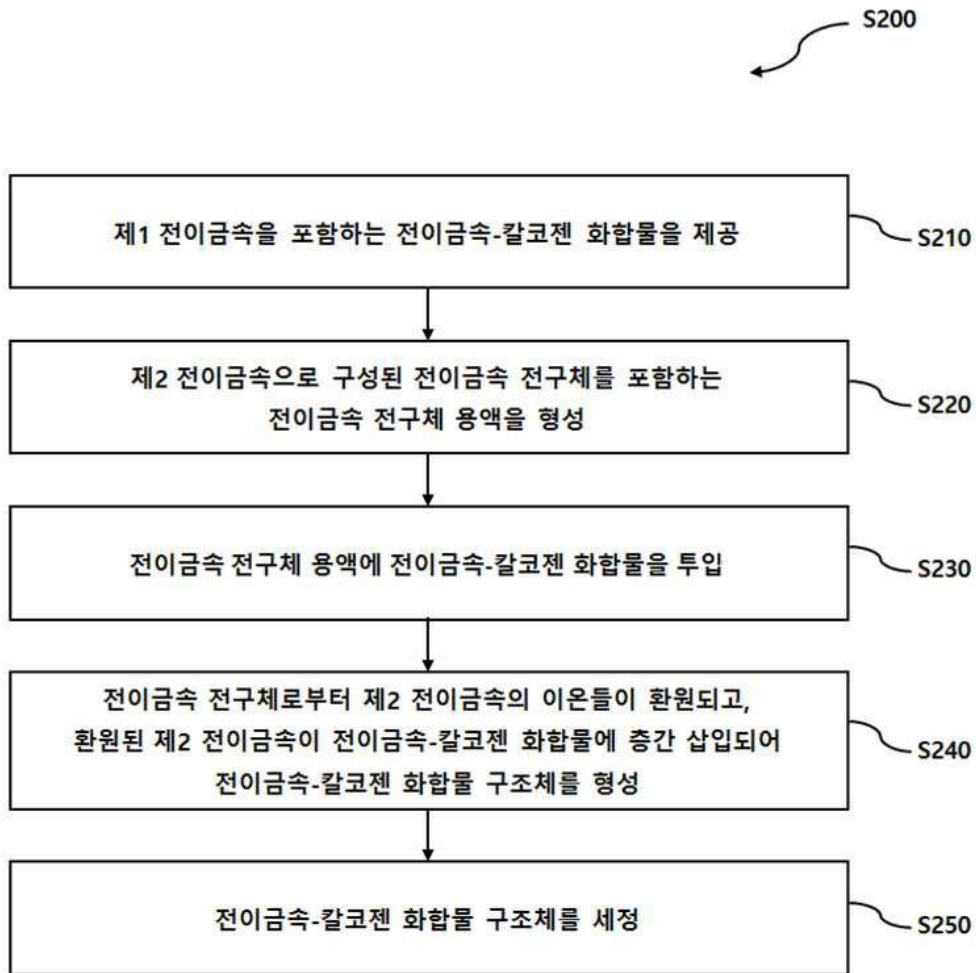
도면17



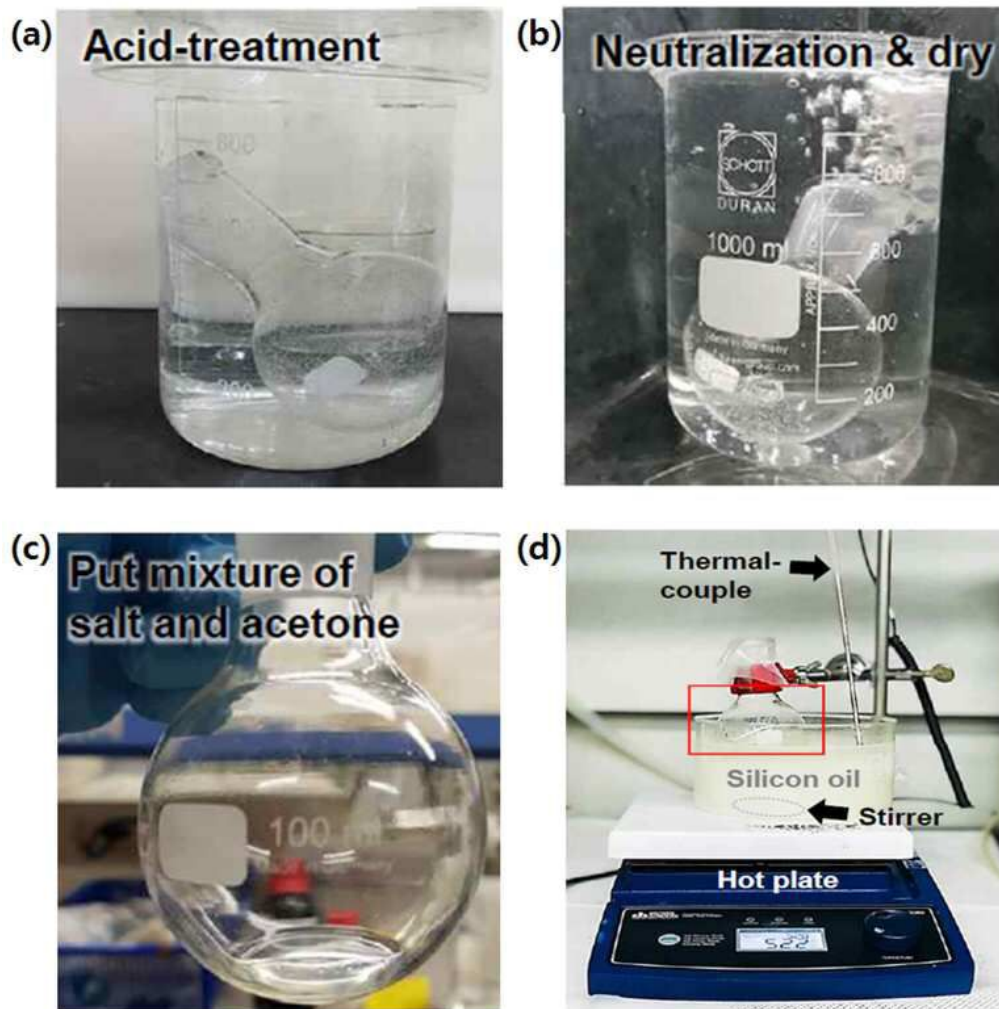
도면18



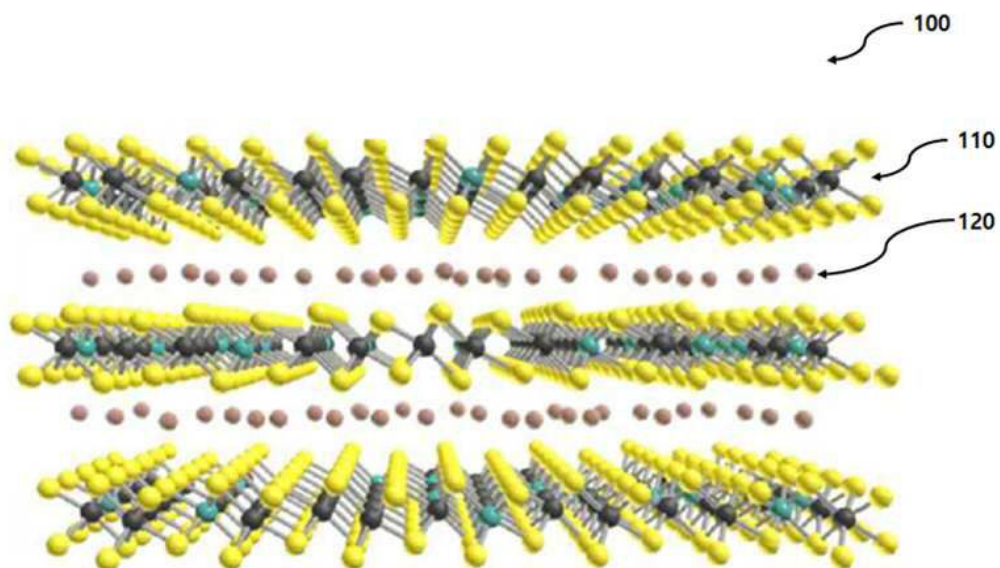
도면19



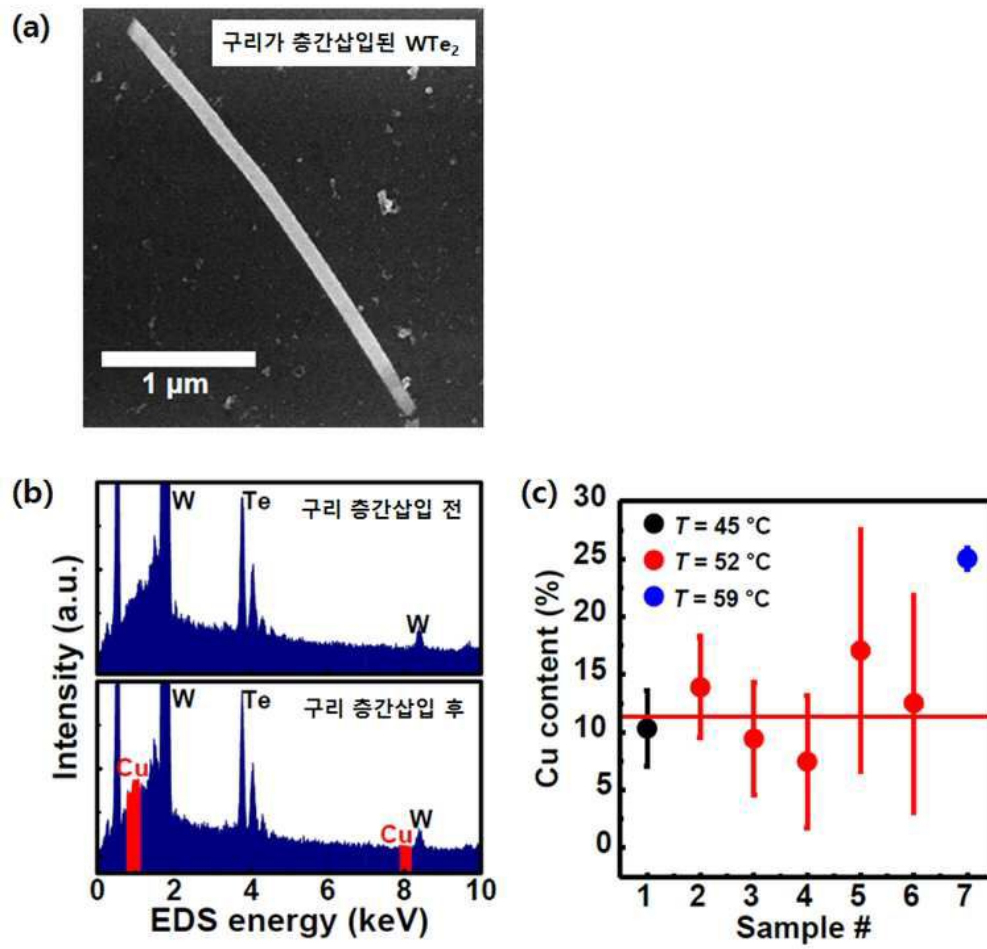
도면20



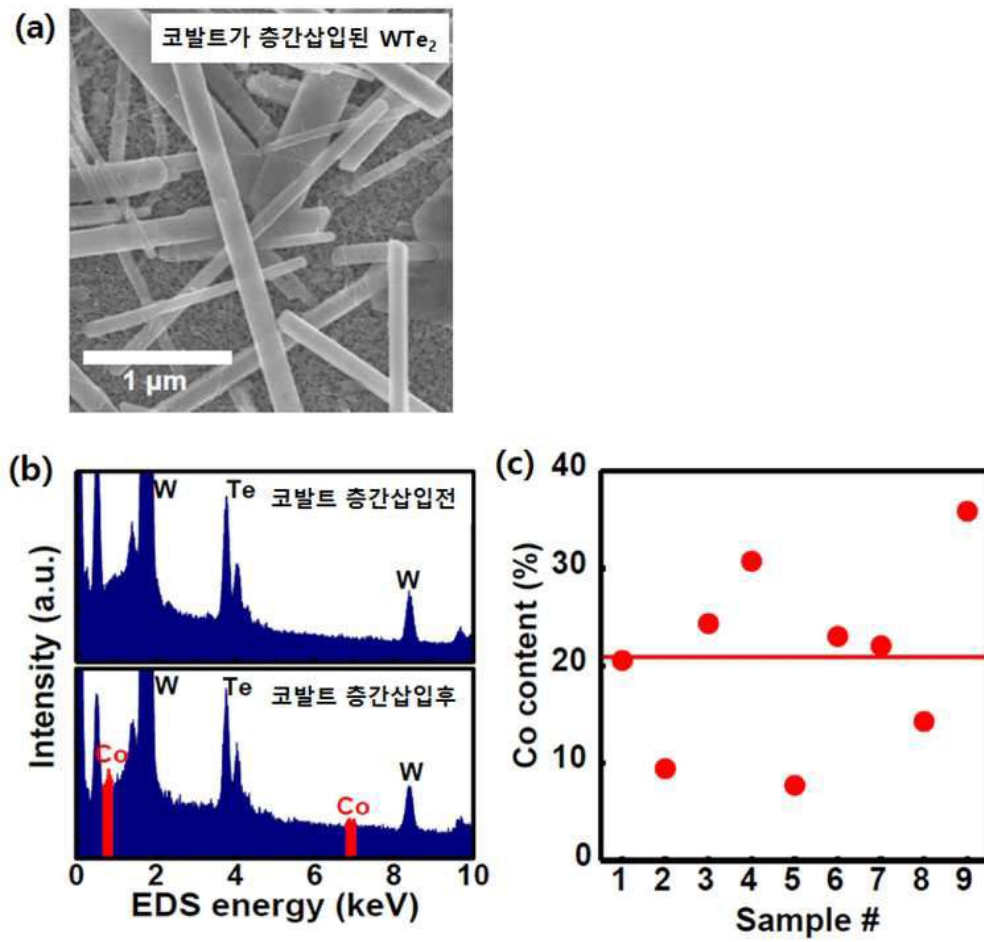
도면21



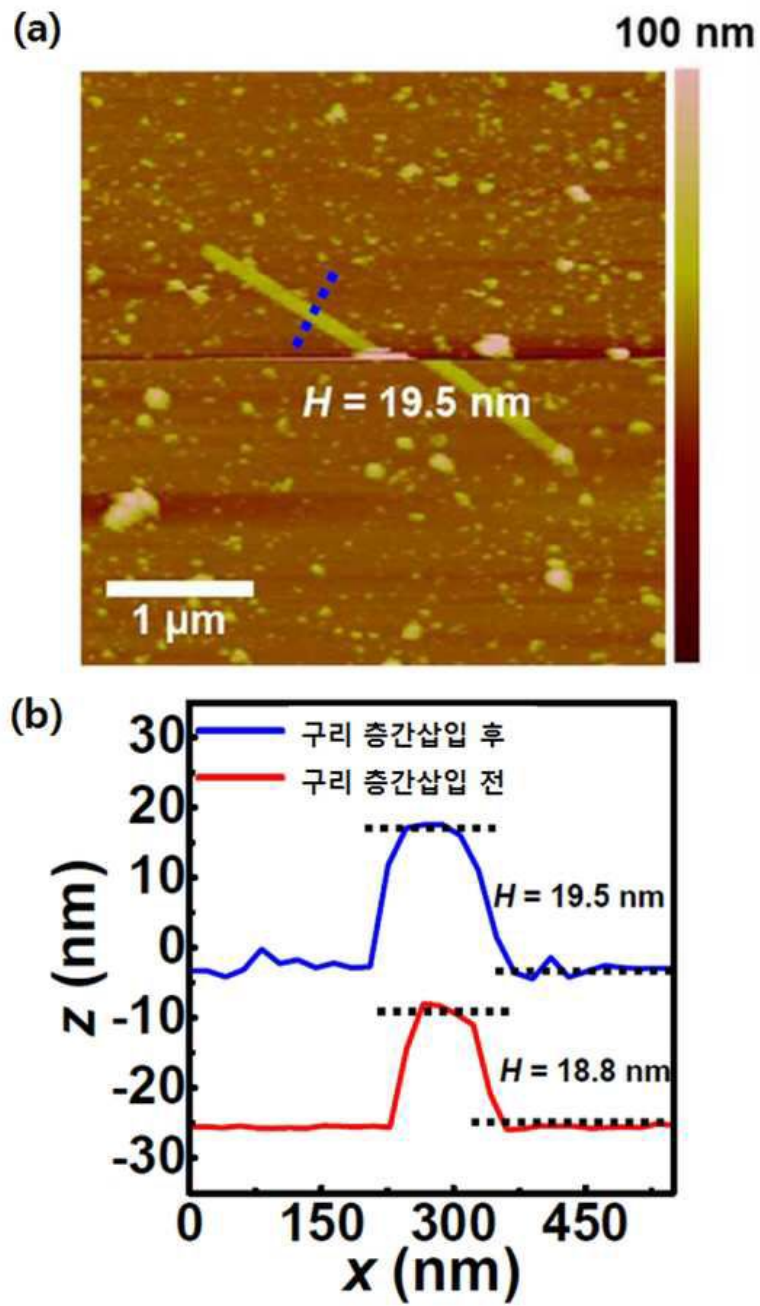
도면22



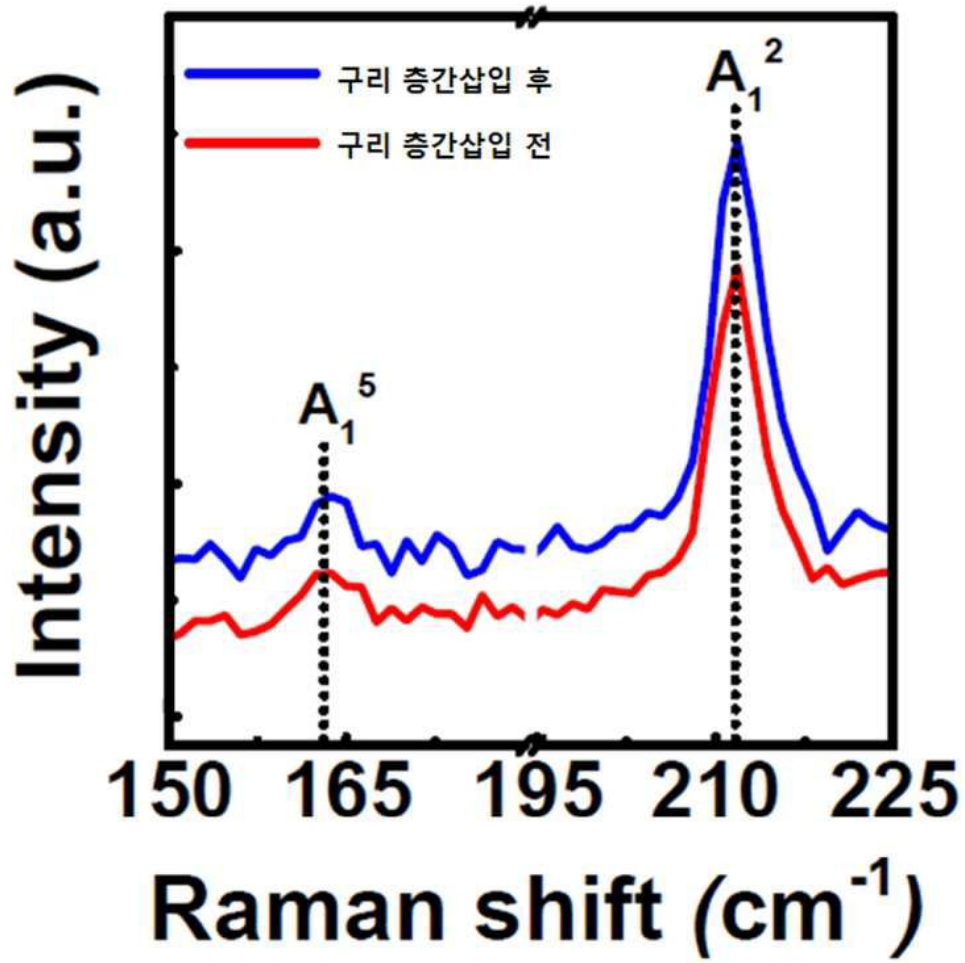
도면23



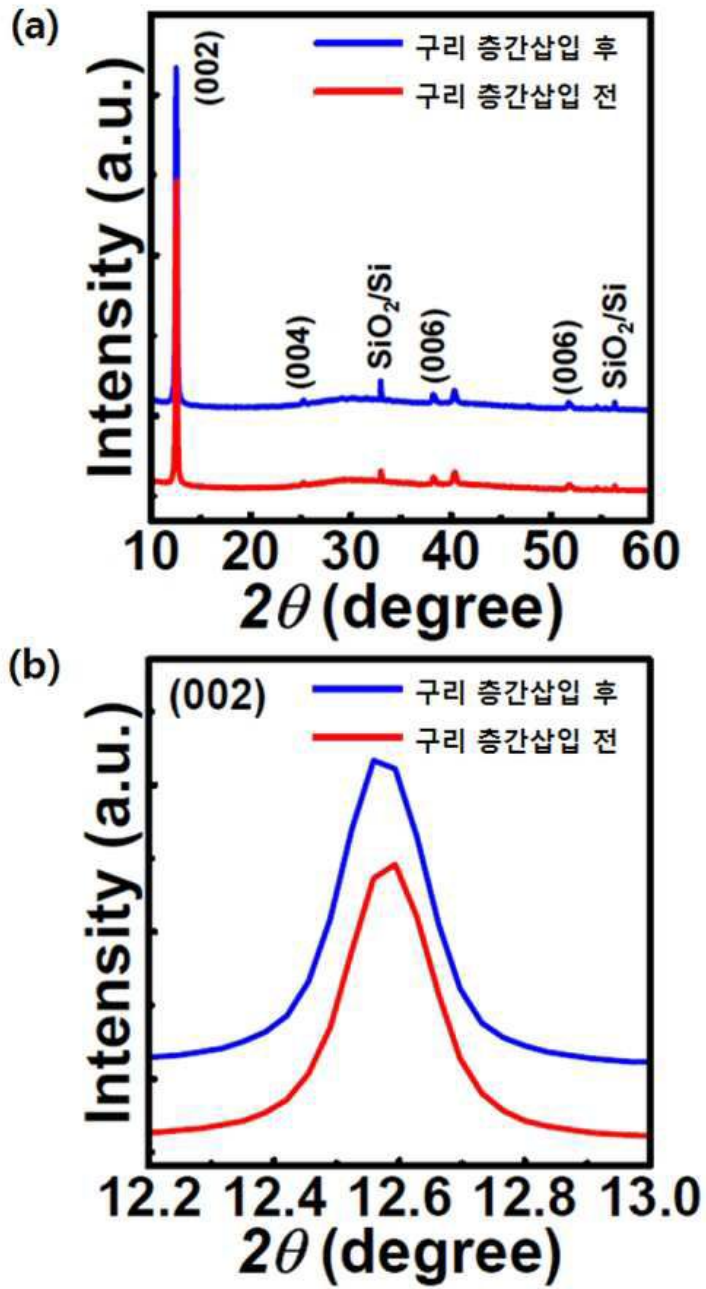
도면24



도면25



도면26



도면27

