

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2008-0105409 (43) 공개일자 2008년12월04일
(51) Int. Cl. <i>C01B 31/02</i> (2006.01) <i>C01B 31/00</i> (2006.01) (21) 출원번호 10-2007-0052955 (22) 출원일자 2007년05월30일 심사청구일자 2007년05월30일	(71) 출원인 경희대학교 산학협력단 경기도 용인시 기흥구 서천동 1 경희대학교 국제 캠퍼스내 (72) 발명자 안정선 서울 서초구 잠원동 대림아파트 7동 305호 여승준 서울 서초구 잠원동 신반포한신아파트 103동 1003호 (뒷면에 계속) (74) 대리인 오세중	

전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 플러렌 회합체의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 백색발광 특성을 갖는 플러렌 다량체를 제조하기 위한 플러렌 회합체의 제조방법에 관한 것으로, 특히 플러렌 단량체 용액을 마이크로미터 크기의 용액 방울로 생성하고, 진공중에서 용매를 자연 증발시켜 용질의 농축에 의한 플러렌 단량체의 밀집과정을 통해 플러렌 회합체를 제조하는 방법을 제공한다.

(72) 발명자

신진호

경기 김포시 북변동 풍년마을청구아파트 209동 90
4호

박소라

서울 동대문구 장안1동 216-36호

특허청구의 범위

청구항 1

플러렌 단량체를 단일용매에 용해시켜 플러렌 용액을 형성하는 단계와;
상기 플러렌 용액을 마이크로미터 크기의 용액 방울로 분무하는 단계와;
상기 분무된 플러렌 용액 방울을 진공상태에서 자연증발 시키는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 플러렌 회합체의 제조방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,
상기 단일용매는,
벤젠, 톨루엔, CH_2Cl_2 중 어느 하나인 것을 특징으로 하는 플러렌 회합체의 제조방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,
상기 진공상태는,
 1.0×10^{-3} Torr 이하로 유지하는 것을 특징으로 하는 플러렌 회합체의 제조방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,
상기 플러렌 단량체가 용해된 용액의 용존산소를 제거하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 플러렌 회합체 제조방법.

청구항 5

제 4 항에 있어서,
상기 용존산소를 제거하는 물질은 아르곤 가스인 것을 특징으로 하는 플러렌 회합체 제조방법.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

- <1> 본 발명은 백색발광 특성을 갖는 플러렌 단량체를 제조하기 위한 플러렌 회합체의 제조방법에 관한 것으로, 특히 플러렌 단량체 용액을 마이크로미터 크기의 용액 방울로 생성하고, 진공중에서 용매를 자연 증발시켜 용질의 농축에 의한 플러렌 단량체의 밀집과정을 통해 플러렌 회합체를 제조하는 방법을 제공한다.
- <2> 플러렌은 탄소로만 구성된 물질이며, 그 구조는 그래파이트 구조와 다이아몬드 구조와의 중간적인 것으로, 탄소의 6원환을 중심으로 하여, 1부에 5원환이 존재한다. 플러렌의 탄소 원자의 일부를 다른 원소로 치환하거나, 플러렌에 다른 원소를 부가한 물질들도 알려져 있다. 더욱이 공모양의 플러렌의 내부에 금속원자 등을 내포시킨 물질, 플러렌 분자간에 산소가 포함된 금속 등의 이원소를 배치한 것들도 알려져 있다.
- <3> 대표적인 플러렌은 C_{60} 이며, 이외에 C_{70} , C_{76} , C_{78} , C_{82} , C_{84} , C_{240} , C_{540} , C_{720} 등이 알려져 있다. 이것들은 속이 비어 있는 볼(ball) 상태의 플러렌이다. 또한 이외에 튜브상태의 플러렌이 알려져 있다. 볼과 튜브상태의 플러렌에서, 중요한 것은 볼 상태의 플러렌이며, 이하에서는 플러렌은 볼 상태의 플러렌을 중심으로 설명한다.
- <4> 상기 플러렌은 용액이나 단결정 등으로 존재하며, 플러렌을 용해시키는 용매로는 벤젠, 톨루엔, CS_2 , 아세톤,

토리크렌, 클로르벤젠 등이 있다. 용액에서도 단결정에서도 플러렌은 회전의 자유도를 가진다. 예를 들면, 실온의 단결정에서는 플러렌 분자, 즉 플러렌 단량체는 병진자유도를 빼앗기고 있을 뿐, 열 운동에 의해서 회전하고 있다. 이것은 플러렌이 등방(等方)적인 볼 상태로 플러렌 분자 상호간의 결합이 약하고, 또한 결합의 포텐셜의 이방성이 작은 것과 관련되어 있다. 따라서 고체 내에서 플러렌 분자간의 결합은, 주로 파이 전자간의 상호작용에 의거한 반데르발스 결합이다.

- <5> 플러렌을 응용한 것의 하나로 리소그래피가 주목되고 있다. 플러렌에는 승화성이 있으며, 박막을 형성할 수 있으므로 이 박막에 잠상(潛像)을 형성한 후에 현상을 할 수 있다면, 리소그래피에의 응용이 가능하다.
- <6> 종래의 플러렌 회합체를 형성하는 방법은, 톨루엔, 벤젠, CS₂ 등의 단일용매에 용해된 플러렌 용액의 동결과정에서 자연 발생적으로 회합체를 생성하거나, 플러렌을 용해시키는 용액과 플러렌을 용해시키지 어려운 난용매를 혼합하여 상온에서 용액 내부에서 플러렌 회합체를 만드는 방법을 사용하였다.
- <7> 그러나, 단일용매에서 형성된 플러렌 회합체에 UV 레이저를 조사하여 광중합 반응을 유도하여 플러렌 다량체를 형성하는 경우에, 용액이 동결된 상태에서 빛을 조사하여야 하기 때문에 상기 플러렌 회합체로부터 얻어지는 백색발광 특성을 갖는 플러렌 다량체의 양이 극히 적다는 문제점이 있었다.
- <8> 또한, 상온에서 난용매를 이용하여 형성된 플러렌 회합체의 경우에는 그 크기가 수백 나노미터 크기를 가지므로 백색발광 특성을 갖는 3차원 구조의 플러렌 다량체를 형성하기 어렵다는 문제점도 있었다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

- <9> 상기 문제점들을 해결하기 위하여, 본 발명은 플러렌 단량체가 용해된 용액을 마이크로미터 크기의 용액 방울로 형성하고, 그 용액 방울을 진공중에서 증발시켜 플러렌 회합체를 형성함으로써, 간편하게 대량의 플러렌 회합체를 얻을 수 있도록 하는 것을 목적으로 한다.
- <10> 또한, 상기 플러렌 회합체를 간편한 방법으로 대량 제조함으로써 후속공정을 통해 다양한 특성을 갖는 플러렌 다량체를 제조할 수 있도록 하는 것을 또 다른 목적으로 한다.
- <11> 상기 목적을 달성하기 위하여 본 발명은 플러렌 단량체를 단일용매에 용해시켜 플러렌 용액을 형성하는 단계와; 상기 플러렌 용액을 마이크로미터 크기의 용액 방울로 분무하는 단계와; 상기 분무된 플러렌 용액 방울을 진공 상태에서 자연증발시키는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 플러렌 회합체의 제조방법을 제공한다.

발명의 구성 및 작용

- <12> 본 발명의 플러렌 회합체를 형성하는 방법은, 플러렌 단량체를 톨루엔, 벤젠, CH₂Cl₂(Dichloromethane, Methlene Chloride / MC) 등을 용매로 하여 용해시켜 플러렌 용액을 형성한다. 다음에, 상기 플러렌 단량체가 용해된 플러렌 용액에 아르곤 가스를 주입하여 용존산소를 제거한다. 그리고, 진공상태에서 초음파 진동자 등을 이용하여 상기 용존산소가 제거된 플러렌 용액을 수 마이크로미터 사이즈의 용액방울로 분무한다. 다음에, 상기 수 마이크로미터 크기로 분무된 플러렌 용액 방울을 진공상태에서 증발시킨다.
- <13> 상기 플러렌 용액의 용존산소는 플러렌 회합체를 형성하는 과정에서 영향을 줄수 있으므로 제거하는 것이 바람직하다.
- <14> 상기와 같이 수 마이크로미터 크기로 분무된 플러렌 용액 방울을 진공상태에서 증발시키면, 상기 플러렌을 용해한 용매가 발하면서 용액의 양이 줄어들게 되어 농축되고, 상기 용액의 농축과정에서 플러렌 단량체간의 거리가 가까워지게 되며, 일정거리 이하로 플러렌 단량체 사이의 간격이 가까워지게 되면 플러렌 단량체가 상호간의 반데르발스력에 의해 결합되어 플러렌 회합체가 형성된다.
- <15> 한 실시예로서, 본 발명에서 상기 플러렌 단량체는 시중에서 구입할 수 있는 Buckey Co., Inc에서 생산한 99.995% 이상의 고순도를 갖는 플러렌 분말을 사용하였으며, 상기 플러렌 분말을 용해시키기 위한 용매로는 순도 99.99%의 톨루엔, 벤젠, CH₂Cl₂(Dichloromethane, Methilene Chloride / MC) 등을 사용하였다.
- <16> 그리고, 상기 플러렌 분말을 용매에 녹여 2.5×10^{-6} mol/L 이상의 플러렌 용액을 제조하고, 상기 제조된 플러렌 용액을 용기에 담고 밀폐시킨 후, 아르곤 가스를 통과시켜 플러렌 용액의 용존산소를 제거하였다. 이때, 플러렌 용액이 500ml인 경우에는 최소한 2시간 이상 아르곤 가스를 통과시켜 용존산소를 제거한다.

- <17> 상기와 같이 용존산소가 제거된 플러렌 용액을 1.0×10^{-3} Torr 이하의 진공상태를 갖는 진공용기에서 초음파 진동자 등을 이용하거나 다른 분무방법을 통해 수 마이크로미터 크기를 갖는 플러렌 용액 방울을 생성한다. 이때, 플러렌 용액이 약 500ml인 경우 15 ~ 20분에 약 40ml씩 용액방울로 만들어 분무하는 방법으로 총 4시간 정도에 걸쳐 플러렌 용액을 분무하여 수 마이크로미터 크기의 플러렌 용액 방울을 생성하였다.
- <18> 그리고, 상기 진공상태를 1.0×10^{-3} Torr 이하로 유지하는 것은 진공에 의한 용매의 자연 증발현상을 유도하기 위한 것이다.
- <19> 다음에, 상기 수 마이크로미터 크기로 생성된 플러렌 용액방울을 상기 진공상태에서 방치한다. 이 때, 상기 플러렌 용액방울이 방치되는 동안 그 용액방울에서 용매가 자연 증발하게 되고, 그 증발되는 정도에 따라 용액 방울이 농축되게 된다.
- <20> 상기와 같은 농축과정을 통해 용액 방울내에 있는 플러렌 단량체들간의 간격이 좁아지게 되고, 그 간격이 일정 거리 이하로 좁혀지게 되면 용액방울 내의 플러렌 단량체들간에 반데르발스력이 작용하여 상호 결합함으로써 플러렌 회합체를 형성하게 된다. 이때, 플러렌 회합체는 용매에 녹아있는 용액 방울 형태로 존재하게 된다.
- <21>
- <22> 상기와 같이 플러렌 단량체가 용해된 용액을 분무하는 방법을 이용하여 제조된 플러렌 회합체는 플러렌 용액을 분무할 수 있는 진공용기의 크기에 따라 대량으로 생산할 수 있으므로, 이를 이용하여 다양한 값을 갖는 플러렌 다량체를 제조할 수 있는 토대를 마련할 수 있다.
- <23> 이상과 같이 본 발명을 도면에 도시한 실시예를 참고하여 설명하였으나, 이는 발명을 설명하기 위한 것일 뿐이며, 본 발명이 속하는 기술 분야의 통상의 지식을 가진 자라면 발명의 상세한 설명으로부터 다양한 변형 또는 균등한 실시예가 가능하다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 따라서 본 발명의 진정한 권리범위는 특허청구범위의 기술적 사상에 의해 결정되어야 한다.

발명의 효과

- <24> 상술한 바와 같이 본 발명은 플러렌 단량체가 용해된 용액을 마이크로미터 크기의 용액 방울로 형성하고, 그 용액방울을 진공중에서 증발시켜 플러렌 회합체를 형성함으로써, 간편하게 대량의 플러렌 회합체를 얻을 수 있다.
- <25> 또한, 상기 플러렌 회합체를 간편한 방법으로 대량 제조함으로써 후속공정을 통해 다양한 특성을 갖는 플러렌 다량체를 제조할 수 있다.