



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2008-0105411
(43) 공개일자 2008년12월04일

(51) Int. Cl.

C01B 31/02 (2006.01) *C01B 31/00* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2007-0052957

(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

차정욱

서울 양천구 신정5동 927-58

(74) 대리인

오세중

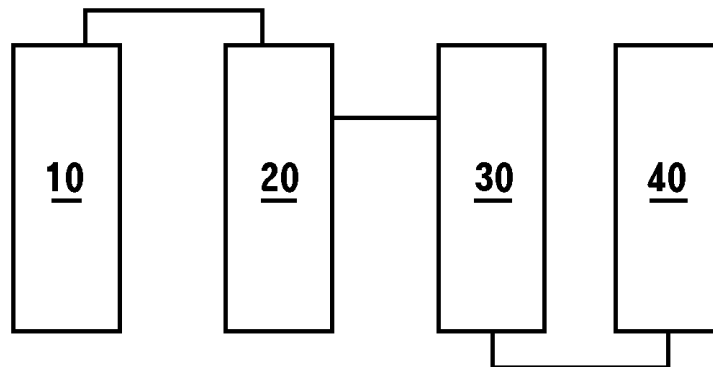
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 플러렌 다량체 제조장치

(57) 요약

본 발명은 마이크로 분무법을 이용하여 플러렌 다량체를 제조하는 장치에 관한 것으로, 특히, 플러렌 단량체를 톨루엔 등의 단일 용매에 용해시켜 플러렌 단량체 용액을 제조하고 그 플러렌 용액 내의 용존산소를 제거하기 위한 용존산소 제거수단과; 상기 용존산소가 제거된 플러렌 용액을 초음파 진동소자를 이용하여 마이크로미터 크기의 용액 방울로 생성하는 마이크로 분무수단과; 상기 마이크로 분무수단에 의해 생성된 용액방울에 UV 레이저를 조사하여 플러렌 다량체를 제조하는 광중합 반응 수단과; 상기 광중합 반응 수단에서 얻어진 플러렌 다량체를 포집하는 포집수단으로 구성된 플러렌 다량체 제조장치를 제공한다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

플러렌 다량체를 단일 용매에 용해시킨 플러렌 용액이 담기며 그 플러렌 용액 내의 용존산소를 제거하기 위한 용존산소 제거수단과;

상기 용존산소가 제거된 플러렌 용액을 초음파 진동소자를 이용하여 마이크로미터 크기의 용액 방울로 생성하는 마이크로 분무수단과;

상기 마이크로 분무수단에 의해 생성된 용액방울에 UV 레이저를 조사하여 광중합 반응을 유도하는 광중합 반응수단을 포함하는 것을 특징으로 하는 플러렌 다량체 제조장치.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 용존산소 제거수단은,

상기 플러렌 용액이 담기며, 하단 일측에 용존산소 제거를 위한 가스 주입관이 형성되고 상부가 개방된 통형상의 플러렌 용액 용기와;

상기 용기의 개방된 부분을 밀폐시키며 상기 가스 주입관으로 주입되어 용존산소와 결합한 가스를 배출하는 가스 배출관과, 용존산소가 제거된 플러렌 용액을 이송시키기 위한 플러렌 용액 이송관이 설치된 용기 마개로 구성되는 것을 특징으로 하는 플러렌 다량체 제조장치.

청구항 3

제 2 항에 있어서,

상기 가스 배출관과 플러렌 용액 이송관에는 개폐 밸브가 더 설치되어 있는 것을 특징으로 하는 플러렌 다량체 제조장치.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 마이크로 분무수단은,

내부 하단에 초음파 진동소자를 구비하고, 상부에 초음파 진동소자에 의해 마이크로미터 크기로 분무된 플러렌 용액 방울을 배출시키기 위한 플러렌 용액 방울 배출구가 형성되고 상부가 개방된 분무 용기와;

상기 분무 용기의 개방된 상부를 밀폐시키며 상기 용존산소 제거수단으로부터 연장 형성된 플러렌 용액 이송관이 설치된 분무용기 마개와;

상기 분무 용기의 플러렌 용액 방울 배출구에 설치된 개폐밸브를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 플러렌 다량체 제조장치.

청구항 5

제 4 항에 있어서,

상기 분무 용기 내부에는 초음파 진동소자에 의해 진동하는 플러렌 용액이 튀어 플러렌 용액 방울 배출구로 흘러들어가는 것을 방지하고 마이크로미터 크기의 플러렌 용액 방울만을 통과시키는 가로막을 더 구비한 것을 특징으로 하는 플러렌 다량체 제조장치.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 용존산소 제거수단으로부터 마이크로 분무수단으로 용존산소가 제거된 플러렌 용액을 이송시키기 위해 마이크로 분무수단의 분무 용기 내부를 진공상태로 유지하여 기압차에 의해 자연 이송되도록 하는 것을 특징으로

하는 플러렌 다량체 제조장치.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

상기 광중합 반응수단은,

상기 마이크로분무수단과 연결되고 플러렌 용액 방울이 이송되는 시간 동안 용매의 자연 증발에 따라 플러렌 회합체를 형성하도록 하기 위한 플러렌 용액 방울 이송관과;

상기 플러렌 용액 방울 이송관 끝단에 설치되는 반응관과;

상기 반응관 일측에 적어도 하나 이상 설치되어 UV 레이저를 반응관 내부로 조사하는 UV 램프로 구성된 것을 특징으로 하는 플러렌 다량체 제조장치.

청구항 8

제 7 항에 있어서,

상기 반응관은,

빛의 투과율이 높은 석영 유리관, 파이프스 유리관 중 어느 하나인 것을 특징으로 하는 플러렌 다량체 제조방법.

청구항 9

제 7 항 또는 제 8 항에 있어서,

상기 광중합 반응수단은,

상기 반응관 외측 또는 하단에 반사판을 더 구비한 것을 특징으로 하는 플러렌 다량체 제조장치.

청구항 10

제 1 항에 있어서,

상기 플러렌 다량체 제조장치는,

상기 광중합 반응수단에 연결되며 반응관 내부에서 광중합 반응에 의해 제조된 플러렌 다량체를 진공펌프에 의해 포집하는 포집수단을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 플러렌 다량체 제조장치.

명 세 서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

<17> 본 발명은 마이크로 분무법을 이용하여 플러렌 다량체를 제조하는 장치에 관한 것으로, 특히, 플러렌 단량체를 톨루엔 등의 단일 용매에 용해시켜 플러렌 단량체 용액을 제조하고 그 플러렌 용액 내의 용존산소를 제거하기 위한 용존산소 제거수단과; 상기 용존산소가 제거된 플러렌 용액을 초음파 진동소자를 이용하여 마이크로미터 크기의 용액 방울로 생성하는 마이크로 분무수단과; 상기 마이크로 분무수단에 의해 생성된 용액방울에 UV 레이저를 조사하여 플러렌 다량체를 제조하는 광중합 반응 수단과; 상기 광중합 반응 수단에서 얻어진 플러렌 다량체를 포집하는 포집수단으로 구성된 플러렌 다량체 제조장치를 제공한다.

<18> 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.

- <19> 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 이외의 튜브상태의 플러렌이 알려져 있다. 볼과 튜브상태의 플러렌에서, 중요한 것은 볼 상태의 플러렌이며, 이하에서의 플러렌은 볼 상태의 플러렌을 중심으로 설명한다.
- <20> 상기 플러렌은 용액이나 단결정 등으로 존재하며, 플러렌을 용해시키는 용매로는 벤젠, 톨루엔, CS_2 , 아세톤, 톨리크렌, 클로르벤젠 등이 있다. 용액에서도 단결정에서도 플러렌은 회전의 자유도를 가진다. 예를 들면, 실온의 단결정에서 플러렌분자, 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 의한 반데르발스 결합이다.
- <21> 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.
- <22> 종래의 플러렌 회합체를 형성하는 방법은, 톨루엔, 벤젠, CS_2 등의 단일용매에 용해된 플러렌 용액의 동결과정에서 자연 발생적으로 회합체를 생성하거나, 플러렌을 용해시키는 용액과 플러렌을 용해시키기 어려운 난용매를 혼합하여 상온에서 용액 내부에서 플러렌 회합체를 만드는 방법을 사용하였다.
- <23> 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 플러렌 다량체의 양이 극히 적다는 문제점이 있었다.
- <24> 또한, 상기와 같이 용액 내부에서 플러렌 회합체를 제조한 후, 그 용액이 동결된 상태에서 UV 레이저를 조사하여야 하기 때문에 플러렌 다량체를 제조하기 위한 장치의 구성이 어렵다는 문제점이 있었다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

- <25> 상기 문제점들을 해결하기 위하여, 본 발명은 플러렌 단량체가 용해된 용액을 마이크로미터 크기의 용액 방울로 형성하고, 그 용액방울을 진공중에서 증발시켜 플러렌 회합체를 형성한 후 UV 레이저를 조사하여 광중합 반응에 의해 대량의 플러렌 다량체를 얻을 수 있는 플러렌 다량체 제조장치를 제공함으로써 난용매의 혼합이나 플러렌 회합체 용액을 동결시킬 필요없이 원하는 양의 플러렌 다량체를 용이하게 제조할 수 있도록 하는 것을 목적으로 한다.
- <26> 상기 목적을 달성하기 위하여 본 발명은 플러렌 단량체를 단일 용매에 용해시킨 플러렌 용액이 담기며 그 플러렌 용액 내의 용존산소를 제거하기 위한 용존산소 제거수단과; 상기 용존산소가 제거된 플러렌 용액을 초음파 진동소자를 이용하여 마이크로미터 크기의 용액 방울로 생성하는 마이크로 분무수단과; 상기 마이크로 분무수단에 의해 생성된 용액방울에 UV 레이저를 조사하여 광중합 반응을 유도하는 광중합 반응 수단을 포함하는 것을 특징으로 하는 플러렌 다량체 제조장치를 제공한다.

<27>

발명의 구성 및 작용

- <28> 이하, 첨부된 도면을 참조로 하여 본 발명을 좀 더 상세히 설명하기로 한다.
- <29> 먼저, 도1은 본 발명에 따른 플러렌 다량체 제조장치를 나타낸 것으로, 플러렌 단량체를 톨루엔 등의 단일 용매에 용해시켜 플러렌 용액을 제조하고 그 플러렌 용액 내의 용존산소를 제거하기 위한 용존산소 제거수단(10)과; 상기 용존산소가 제거된 플러렌 용액을 초음파 진동소자를 이용하여 마이크로미터 크기의 용액 방울로 생성하는 마이크로 분무수단(20)과; 상기 마이크로 분무수단(20)에 의해 생성된 용액방울에 UV 레이저를 조사하여 플러렌 다량체를 제조하는 광중합 반응 수단(30)으로 구성된다. 이때, 상기 광중합 반응 수단(30)에서 얻어진 플러렌 다량체를 포집하는 포집수단(40)을 더 포함하여 구성할 수도 있다.
- <30> 도2는 상기 플러렌 다량체 제조장치를 구성하는 용존산소 제거수단(10)과 마이크로 분무 수단(20)을 구체적으로 나타낸 것으로, 먼저, 용존산소 제거수단(10)은 플러렌 단량체를 톨루엔, 벤젠, CH_2Cl_2 (Dichloromethane, Methylene Chloride / MC) 등을 용매로 하여 용해시킨 플러렌 용액(F)이 담기며, 하단 일측에 용존산소 제거를 위한 가스 주입관(13)이 형성되고 상부가 개방된 통형상의 플러렌 용액 용기(11)와; 상기 용액의 개방된 부분을 밀폐시키며 상기 가스 주입관(13)으로 주입되어 용존산소와 결합한 가스를 배출하는

가스 배출관(14)과, 용존산소가 제거된 플러렌 용액을 이송시키기 위한 플러렌 용액 이송관(16)이 설치된 용기 마개(12)로 구성된다. 이때 상기 가스 배출관(14)과 플러렌 용액 이송관(16)에는 모두 개폐 밸브(15,17)가 설치되어 있어 작용시간 및 이송량에 따라 밸브를 개폐시킬 수 있도록 한다.

- <31> 또한, 상기 마이크로 분무수단(20)은 내부 하단에 설치된 초음파 진동소자(22)를 구비하고, 상부에 초음파 진동소자(22)에 의해 마이크로미터 크기로 분무된 플러렌 용액 방울을 배출시키기 위한 플러렌 용액 방울 배출구(27)가 형성되고 상단이 개방된 분무용기(21)와; 상기 분무용기(21)의 개방된 상부를 밀폐시키며 상기 용존산소 제거수단(10)으로부터 연장 형성된 플러렌 용액 이송관(16)이 설치된 분무용기 마개(23)와; 상기 분무용기(21)의 플러렌 용액 방울 배출구(27)에 설치된 개폐밸브(26)로 구성된다. 이때, 상기 분무용기 마개(23)에 설치된 플러렌 용액 이송관(16)에는 개폐밸브(24)를 더 설치하여 분무용기(21) 내부로 이송되는 플러렌 용액(F)의 양을 조절할 수 있다.
- <32> 또한, 상기 분무용기(21) 내부에는 초음파 진동소자(22)에 의해 진동하는 플러렌 용액(F)이 튀어 플러렌 용액 방울 배출구(27)로 흘러들어가는 것을 방지하기 위하여 마이크로미터 크기의 플러렌 용액 방울(Fg)만이 통과할 수 있는 가로막(25)을 더 설치할 수도 있다. 이때, 플러렌 용액 이송관(16)은 가로막(25) 하부로 연장 설치된다.
- <33> 또한, 상기 초음파 진동소자(22)의 과열로 인해 플러렌 용액(F)이 기화되는 것을 방지하기 위해 초음파 진동소자(22)를 식혀주는 냉각팬(28)을 더 설치할 수도 있다.
- <34> 상기와 같이 구성된 용존산소 제거수단(10)과 마이크로 분무수단(20) 간의 플러렌 용액의 이송은 전기적인 장치를 사용하지 않고 분무 용기 내부를 진공상태로 유지함으로써 기압차에 의해 플러렌 용액이 이송될 수 있도록 한다.
- <35> 다음에, 도3은 상기 플러렌 다량체 제조장치를 구성하는 광중합 반응 수단(30)과 포집수단(40)을 나타낸 것으로, 상기 분무용기(21)의 플러렌 용액 방울 배출구(27)에 연장 형성되고 플러렌 용액 방울(Fg)이 이송되는 시간 동안 용매의 자연 증발에 따라 플러렌 회합체를 형성하도록 하기 위한 플러렌 용액 방울 이송관(35)과; 상기 플러렌 용액 방울 이송관(35) 끝단에 설치되며 빛의 투과율이 높은 석영 유리관, 파이프스 유리관 등으로 제조된 반응관(31)과; 상기 반응관(31) 일측에 적어도 하나 이상 설치되어 UV 레이저를 반응관(31) 내부로 조사하기 위한 UV 램프(33)와; 상기 UV 램프(33)로부터 조사된 UV 레이저를 재활용하여 반응속도를 증가시키기 위해 반응관(31)의 측면과 밑면에 각각 설치한 반사판들(34a,34b)로 구성된다. 이때, 상기 UV 램프(33)들과 반사판을 설치하기 위해 상기 반응관(31) 외측에 별도의 케이스(32)를 설치할 수도 있다. 이때, 상기 반사판(34a,34b)으로는 메탈 거울을 사용한다.
- <36> 또한, 상기 반응관(31) 하부에는 상기 반응관 내부에서 플러렌 회합체가 광중합 반응하여 형성된 플러렌 다량체를 포집하는 진공펌프를 구비한 실린더 형태의 포집수단(40)을 구비한다. 이때, 상기 포집수단(40)과 진공펌프 사이에는 개폐 밸브를 설치하여 플러렌 다량체의 포집시기에 따라 포집수단 내부의 진공정도를 조절할 수 있도록 한다.
- <37> 상기와 같이 구성된 플러렌 다량체 제조장치를 이용하여 플러렌 다량체를 제조하는 방법을 실시예를 들어 설명하기로 한다.
- <38> 플러렌 단량체로는 시중에서 구입할 수 있는 Buckey Co., Inc에서 생산한 99.995% 이상의 고순도를 갖는 플러렌 분말을 순도 99.99%의 톨루엔, 벤젠, CH_2Cl_2 등의 용매에 용해시킨 플러렌 용액 용기에 넣고 플러렌 용액 용기 마개(12)를 닫아 밀폐시킨 후 가스 주입관(13)을 통해 아르곤 가스를 주입하여 플러렌 용액 내부의 용존산소를 제거한다. 이때, 플러렌 용액이 500ml인 경우에는 최소한 2시간 이상 아르곤 가스를 통과시켜 용존산소를 제거하고 가스 배출관(14)의 개폐 밸브(15)를 열어 용존산소와 반응한 아르곤 가스(Ar)를 완전히 배출시킨다.
- <39> 다음에 마이크로 분무수단(20)의 분무 용기(21) 내부를 진공상태로 만든 후, 플러렌 용액 이송관(16) 상의 개폐 밸브(17,24)를 모두 열어 기압차에 의해 플러렌 용액 용기(11)로부터 분무 용기(21) 내부로 일정량의 플러렌 용액을 이송시킨 후, 개폐밸브(17,24)를 닫는다. 다음에, 초음파 진동소자(22)에 전원을 인가하여 플러렌 용액(F)이 초음파에 의해 마이크로미터 크기를 갖는 용액 방울(Fg)로 분무되도록 하고, 상기 분무된 플러렌 용액방울(Fg)은 상기 분무 용기의 플러렌 용액방울 배출구(27)를 통해 배출시킨다. 이때, 분무 용기(21) 내부는 1.0×10^{-3} Torr 이하의 진공상태를 유지한다.
- <40> 다음에, 상기 수 마이크로미터 크기로 생성된 플러렌 용액방울(Fg)을 플러렌 용액방울 이송관(35)을 통해 광중

합 반응 수단(30)으로 이송한다. 이때 이송되는 플러렌 용액방울의 이송시간을 개폐밸브(26)의 개폐정도를 조절하여 상기 진공상태에서 용액방울의 용매가 자연 증발하여 농축되게 하고, 상기 농축과정을 통해 용액 방울내에 있는 플러렌 단량체들간의 간격이 좁아지면서 플러렌 단량체들간에 반데르발스력이 작용하여 상호 결합된 플러렌 회합체를 형성하도록 충분한 시간을 인가한다. 실험결과에서는 약 15분 동안 30~40ml 정도의 이송속도로 용액방울이 이송되게 하는 것이 적절하였다.

<41> 상기와 같이 플러렌 용액 방울 이송관(35)을 통과하면서 생성된 플러렌 회합체가 광중합 반응 수단의 반응관(31)으로 투입되면 상기 UV 램프(33)를 작동시켜 반응관 내부로 UV 레이저를 조사한다. 이때, 조사된 UV 레이저는 측면과 밑면에 설치된 반사판(34a,34b)을 통해 다시 반응관 내부로 조사됨으로써 UV 램프의 수에 비해 높은 UV 레이저를 조사하는 효과를 얻을 수 있으므로 좀더 빠른 시간내에 광중합 반응에 의한 플러렌 다량체를 얻을 수 있다. 이때, 플러렌 회합체를 포함한 용액 방울의 충분한 광중합 반응을 유도하기 위해 통상 4시간 정도의 합성시간을 인가한다.

<42> 다음에, 상기와 같이 반응관(31) 내부에서 제조된 플러렌 다량체를 진공펌프를 가동시켜 포집수단(40)으로 포집함으로써 플러렌 다량체를 얻을 수 있다.

<43> 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

<44> 상술한 바와 같이 본 발명은 상기와 같이 구성된 플러렌 다량체 제조장치를 사용하여 플러렌 다량체를 제조함으로써 난용매의 혼합이나 플러렌 회합체 용액을 동결시킬 필요없이 원하는 양의 플러렌 다량체를 용이하게 제조할 수 있다.

<45> 또한, 종래의 벌크 재료를 이용한 광, 압력 도핑된 금속을 이용하여 제조된 플러렌 다량체에서는 얻을 수 없었던 3차원 구조의 플러렌 다량체를 나노미터 영역에서 생성하여 백색발광을 나타내는 플러렌 다량체를 제조할 수 있어 백색발광을 필요로 하는 다양한 디스플레이 소자에 응용할 수 있다.

도면의 간단한 설명

<1> 도1은 본 발명에 따른 플러렌 다량체 제조장치를 개략적으로 나타낸 블록도.

<2> 도2는 도1의 플러렌 다량체 제조장치를 구성하는 용존산소 제거수단과 마이크로 분무수단을 나타낸 도면.

<3> 도3은 도1의 플러렌 다량체 제조장치를 구성하는 광중합 반응수단과 포집수단을 나타낸 도면.

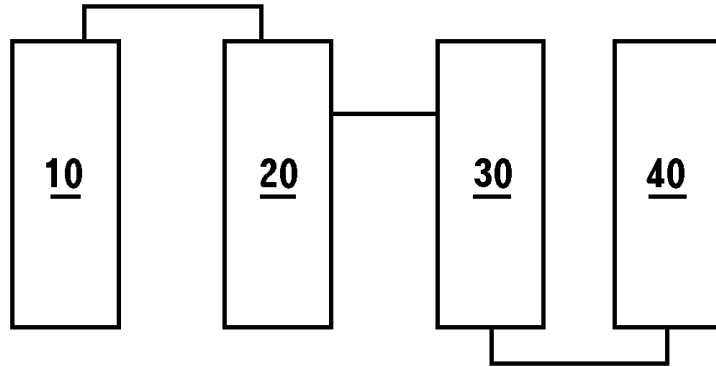
<4> <도면의 주요부분에 대한 부호의 설명>

- | | |
|-------------------------|------------------------|
| <5> 10 : 용존산소 제거수단 | 11 : 플러렌 용액 용기 |
| <6> 12 : 플러렌 용액 용기 마개 | 13 : 가스 주입관 |
| <7> 14 : 가스 배출관 | 15,17,24,26,41 : 개폐 밸브 |
| <8> 16 : 플러렌 용액 이송관 | 20 : 마이크로 분무수단 |
| <9> 21 : 분무용기 | 22 : 초음파 진동소자 |
| <10> 23 : 분무용기 마개 | 25 : 가로막 |
| <11> 27 : 플러렌 용액 방울 배출구 | 28 : 냉각팬 |
| <12> 30 : 광중합 반응수단 | 31 : 반응관 |
| <13> 32 : 케이스 | 33 : UV 램프 |
| <14> 34a,34b : 반사판 | 35 : 플러렌 용액 방울 이송관 |
| <15> 40 : 포집수단 | Ar : 아르곤 가스 |

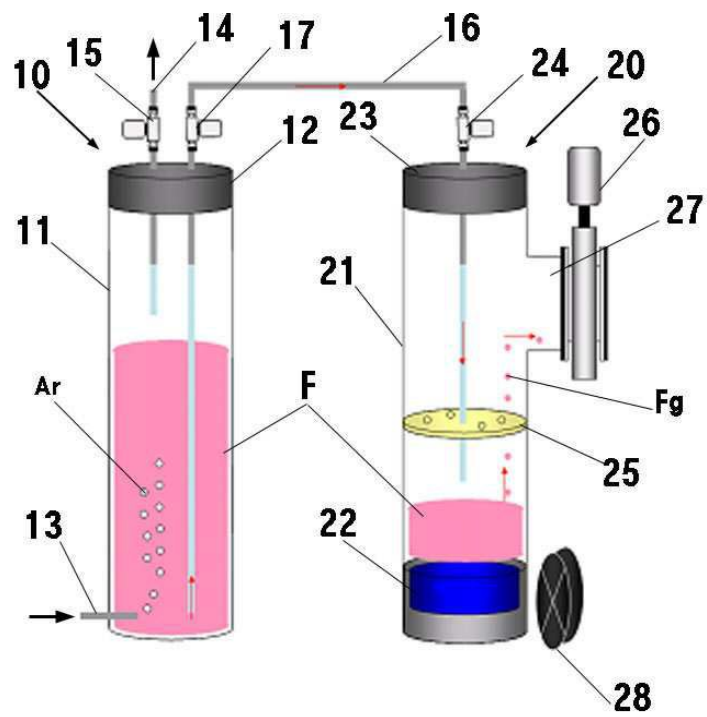
<16> F : 플러렌 용액 Fig : 플러렌 용액방울

도면

도면1



도면2



도면3

