



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2023년08월11일

(11) 등록번호 10-2566859

(24) 등록일자 2023년08월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C09C 1/24 (2006.01) C01G 49/02 (2006.01)

C09C 1/00 (2006.01) C09C 3/06 (2006.01)

H01F 1/00 (2006.01) H01F 1/01 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C09C 1/24 (2013.01)

C01G 49/02 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2017-7033757

(22) 출원일자(국제) 2016년04월27일

심사청구일자 2021년04월22일

(85) 번역문제출일자 2017년11월22일

(65) 공개번호 10-2018-0030466

(43) 공개일자 2018년03월23일

(86) 국제출원번호 PCT/US2016/029461

(87) 국제공개번호 WO 2016/176267

국제공개일자 2016년11월03일

(30) 우선권주장

62/153,228 2015년04월27일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

CN1472024 A*

(뒷면에 계속)

전체 청구항 수 : 총 10 항

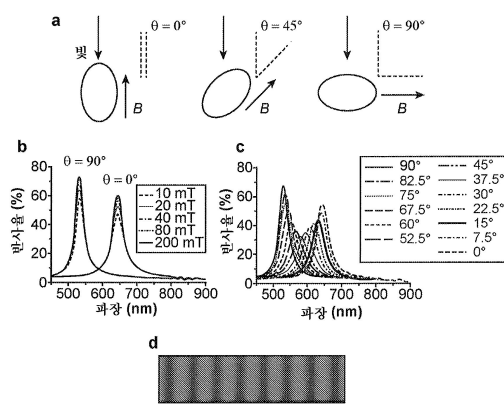
심사관 : 이상원

(54) 발명의 명칭 이방성 나노구조를 기재로 하는 자기 가변성 광자 결정

(57) 요약

이방성 형상을 갖는 하나 이상의 전구 나노입자를 합성하는 것; 실리카로 하나 이상의 이방성 전구 나노입자를 코팅하여 복합 구조체를 형성하는 것; 화학 반응을 통해 하나 이상의 이방성 전구 나노입자를 자기 나노물질로 전환하는 것; 및 용매에서 이방성 자기 나노입자를 광자 결정으로 조립하는 것을 포함하는, 자기 가변성 광자 결정을 형성하는 방법이 개시된다.

대표도 - 도2



(52) CPC특허분류

C09C 1/0081 (2013.01)

C09C 3/063 (2013.01)

H01F 1/0045 (2013.01)

H01F 1/017 (2013.01)

C01P 2004/10 (2013.01)

(56) 선행기술조사문헌

KR1020130106591 A*

KR1020140097280 A*

US20100224823 A1*

US20140243189 A1*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

명세서

청구범위

청구항 1

- (a) 이방성 형상을 갖는 전구 나노입자를 합성하는 단계;
- (b) 단계 (a)에서 수득된 이방성 형상을 갖는 전구 나노입자를 실리카로 코팅하여 복합 구조체를 형성하는 단계;
- (c) 단계 (b)에서 수득된 복합 구조체에서 이방성 형상을 갖는 전구 나노입자를 화학 반응을 통해 자기 나노물 질로 전환시킴으로써 복합 구조체를 이방성 형상을 갖는 자기 나노입자로 전환시키는 단계; 및
- (d) 용매에서 이방성 형상을 갖는 자기 나노입자를 광자 결정으로 조립하는 단계
- 를 포함하고, 이방성 형상을 갖는 전구 나노입자는 옥시수산화철 나노로드(nanorod)인, 자기 가변성 광자 결정을 형성하는 방법.

청구항 2

- 제1항에 있어서, 이방성 형상을 갖는 전구 나노입자를 코팅하는 단계 (b)가
- (b1) 증류수, 이소프로판올, 수산화암모늄 및 이방성 형상을 갖는 전구 나노입자의 혼합물에 테트라에틸 오르토 실리케이트를 첨가하여 복합 구조체를 형성하는 단계; 및
- (b2) 복합 구조체를 원심분리에 의해 분리하는 단계
- 를 포함하는 방법.

청구항 3

- 제1항에 있어서, 복합 구조체를 이방성 형상을 갖는 자기 나노입자로 전환시키는 단계 (c)가
- (c1) 복합 구조체를 가열하는 단계; 및
- (c2) 복합 구조체를 H_2 로 환원시켜 복합 구조체를 자성으로 만드는 단계
- 를 포함하는 방법.

청구항 4

- 제1항에 있어서,
- (e) 이방성 형상을 갖는 자기 나노입자를 초음파처리에 의해 재분산시키는 단계;
- (f) 이방성 형상을 갖는 자기 나노입자에 크기 선별을 적용하는 단계; 및
- (g) 비분산성 응집체를 원심분리에 의해 폐기하는 단계
- 를 추가로 포함하는 방법.

청구항 5

- 제1항에 있어서, 이방성 형상을 갖는 자기 나노입자를 광자 구조로 조립하기 위한 용매가 물, 에탄올, 글리콜, 또는 기타 극성 또는 비극성 용매인 방법.

청구항 6

- 제1항에 있어서, 옥시수산화철 나노로드의 합성이
- 용액을 기재로 하는, 이방성 형상을 갖는 전구 나노입자의 합성을 포함하는 것인 방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 옥시수산화철 나노로드의 합성이

(h) 탈이온수에 삼염화철을 용해시키는 단계;

(i) 탈이온수에 용해된 삼염화철 중의 철 양이온의 농도를 조정하는 단계;

(j) 원심분리 후, 탈이온수에 용해된 삼염화철로부터 용해되지 않은 침전물을 폐기하여 상등액을 형성하는 단계; 및

(k) 상등액을 가열하여 옥시수산화철 나노로드를 형성하는 단계를 포함하는 방법.

청구항 8

제7항에 있어서, (m) 원심분리에 의해 옥시수산화철 나노로드를 분리하는 단계를 추가로 포함하는 방법.

청구항 9

제7항에 있어서, 폴리아크릴산으로 옥시수산화철 나노로드의 표면을 관능화하는 단계를 추가로 포함하는 방법.

청구항 10

제7항에 있어서, 상등액의 가열 온도가 81 °C 내지 90 °C 범위의 온도를 포함하는 것인 방법.

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

청구항 16

삭제

청구항 17

삭제

청구항 18

삭제

청구항 19

삭제

발명의 설명

기술분야

[0001] 본 발명은 이방성 나노구조를 기재로 하는 자기 가변성 광자 결정을 형성하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 콜로이드성 어셈블리는 물리적 주기 구조와의 광 상호작용을 조작함으로써 인공 구조 색을 생성하기 위해 광범위하게 조사되었다. 오팔(opal), 조류 깃털 및 나비 비늘과 같이 자연에서 쉽게 발견되는 구조 색은 찬란한 무지개빛이고 금속성이며, 통상적인 안료 또는 염료와 달리 광표백(photobleaching)이 없다. 대부분의 콜로이드성 어셈블리는 오팔의 형성을 모방하고 단순 분산 콜로이드성 구체로부터 조밀(close-packed) 구조를 만든다. 그러나, 생명 시스템은 종종 플레이트 및 로드(rod)와 같은 이방성 모티프의 조밀하지 않은 질서화된(ordered) 어셈블리를 포함하므로, 강한 각 의존성 및 편광 효과를 포함하는 훨씬 더 복잡한 구조 색 반응을 나타낸다. 콜로이드성 어셈블리에서의 이방성 빌딩 블록의 사용이 잠재적으로 광자 구조를 생성할 것으로 기대되기 때문에, 어셈블리 방법이 오히려 통상적이지만, 폴리스티렌 및 ZnS와 같은 신장된 입자를 조직하기 위한 노력이 이루어졌고 생성된 결정은 조밀에 가깝고 구형 입자로부터의 그것보다 독특한 광자 반응을 나타내지 않는다.

[0003] 이방성 입자의 중요한 이점 중 하나는 그들이 종종 형상-의존적 물리적 및 화학적 성질을 갖는 것이고, 이는 생성된 상부 구조의 포괄적 성질을 조작하기 위해 더 큰 자유도를 더할 수 있다. 이것은 정적 또는 동적 구조 변화가 일반적으로 광자 성질의 변화를 수반하는 자기장-반응성(field-responsive) 콜로이드성 광자 구조의 제조에 특히 중요할 수 있다. 그러나, 이 방향으로의 노력은 주로 고품질 이방성 빌딩 블록의 비가용성 및 어셈블리 및 튜닝을 위한 효과적인 메커니즘의 결여 때문에 매우 제한되었다.

발명의 내용

[0004] 이방성 형상을 갖는 하나 이상의 전구 나노입자를 합성하는 것; 실리카로 하나 이상의 이방성 전구 나노입자를 코팅하여 복합 구조체를 형성하는 것; 화학 반응을 통해 하나 이상의 이방성 전구 나노입자를 자기 나노물질로 전환하는 것; 및 용매에서 이방성 자기 나노입자를 광자 결정으로 조립하는 것을 포함하는, 자기 가변성 광자 결정을 형성하는 방법이 개시된다.

[0005] 견본이 되는 실시양태에 따라, 하나 이상의 이방성 전구 나노입자는 옥시수산화철(FeOOH) 나노로드(nanorod)이다.

도면의 간단한 설명

[0006] 도 1(a)-1(c)는 (a) 전형적인 FeOOH 나노로드의 TEM 이미지; (b) 실리카로 이들 FeOOH 나노로드를 코팅한 다음 H_2 에서 그들을 환원함으로써 얻어진 자기 나노타원체의 TEM 이미지; 및 (c) 나노타원체의 상응하는 자기 히스테리시스(hysteresis) 루프를 도시한다. 스케일 바: 200 nm.

도 2(a)-2(d)는 (a) 자기장 하에서 나노타원체의 자발적인 정렬에 대한 도식; (b) 다양한 강도에서의 수직 및 평행 자기장 하에서 광자 구조의 반사 스펙트럼; (c) 빛의 방향에 대해 다양한 방향에서의 자기장 하에서 광자 구조의 반사 스펙트럼; 및 (d) 비이상 선형 할바흐 어레이(Halbach array) 하에 평평한 유리판에서 캡슐화된 나노타원체의 광자 반응을 보여주는 디지털 사진을 도시한다. 스케일 바: 5 mm.

도 3(a)-3(c)는 (a) 자기장 없이 상이한 부피 분율 하에서 나노타원체의 콜로이드성 분산액의 반사 스펙트럼; (b) 부피 분율이 구배된 유리 모세관에서 나노타원체의 분산액의 디지털 사진; 및 (c) 자기장의 존재 또는 부재 하에 나노타원체의 부피 분율에 대한 광자 구조의 반사 파장의 의존성을 도시한다.

도 4(a)-4(e)는 (a) 전형적인 FeOOH 나노로드의 TEM 이미지; (b) 실리카로 이들 FeOOH 나노로드를 코팅한 다음 H_2 에서 그들을 환원함으로써 얻어진 자기 나노타원체의 TEM 이미지; 스케일 바: 200 nm; (c) 다양한 강도에서의 수직 및 평행 자기장 하에서 광자 구조의 반사 스펙트럼; (d) 빛의 방향에 대해 다양한 방향에서의 자기장 하에서 광자 구조의 반사 스펙트럼; 및 (e) 비이상 선형 할바흐 어레이 하에 평평한 유리판에서 캡슐화된 나노타원체의 광자 반응을 보여주는 디지털 사진을 도시한다 (스케일 바: 5 mm).

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0007] 견본이 되는 실시양태에 따라, 매우 균일한 이방성 콜로이드성 타원체로의 독특한 합성으로부터 유익한 어셈블

리가 개시된다. 균일한 자기 타원체가 직접적으로 이용가능하지 않기 때문에, 먼저 균일한 옥시수산화철 (FeOOH) 나노로드 (도 1(a))를 합성한 다음, 실리카로 그들을 코팅하여 복합 타원체를 형성하고, 마지막으로 환원을 통해 FeOOH를 자기 금속 철로 전환함으로써 간접적인 접근법이 취해진다.

[0008] 견본이 되는 실시양태에 따라, 실리카 코팅은 본원에서 여러 중요한 역할을 할 수 있다. 첫째, 실리카 코팅은 FeOOH 나노로드의 크기를 가시광 스펙트럼에서 광자 반응을 일으키기에 적합한 크기 범위로 증가시킨다. 둘째, 실리카 코팅은 환원 동안 나노로드의 붕괴를 방지하는 보호 메커니즘을 제공한다. FeOOH로부터 Fe로의 전환은 탈수 및 환원 반응을 포함하며, 이들 둘 다 중요한 형태적 변화를 유도한다. 도 1(b)에 나타난 바와 같이, 나노로드는 환원 후 주로 수축하고 작은 조각들로 붕괴되었다. 그러나 전반적인 로드 형상이 실리카 쉼 내에 생긴 타원형 공간 덕분에 잘 유지되었다. 마지막으로, 실리카 층이 자기 나노로드를 특정 거리로 분리하는 스페이서로서 행동하고 그들의 자기 인력을 제한하므로, 나노로드의 강자성 특성에도 불구하고 그들의 콜로이드성 분산액이 응집하는 것을 방지한다.

[0009] 구형 빌딩 블록과 비교하여, 이방성 나노타원체의 독특한 특징은 그들의 어셈블리가 자기장 방향에 대한 광자 반응의 강한 의존성을 보이는 것이다. 일반적으로 구형 빌딩 블록으로부터의 어셈블리를 설명하기 위해 고려되는 위치 질서에 추가로, 나노타원체가 조립될 때 배향 질서가 고려되어야 한다. 내부에 묻힌 이방성 자기 코어에 의해, 나노타원체의 배향은 외부 자기장에 의해 쉽게 제어될 수 있다. 자기장이 적용되면, 도 2(a)에 개략적으로 도시된 바와 같이, 나노타원체가 회전하고 그들의 장축을 자기장 방향에 평행하게 정렬한다. 이러한 회전이 배향 질서에 변화를 일으킬 뿐만 아니라, 위치 질서 및 이어서 어셈블리의 광자 성질에 영향을 미친다. 또한, 그 동안, 자기장 강도는 이것이 나노타원체가 정렬할 수 있는 정도를 결정하기 때문에 질서의 완성에 중요한 역할을 한다고 여겨진다.

[0010] 자기장 강도 및 방향의 영향을 조사하기 위해, 나노타원체로부터 조립된 구조의 광자 성질이 강도 및 방향이 다양한 자기장 하에서 시험되었다. 나노타원체의 수성 분산액은 그들이 콜로이드성 결정으로 자발적으로 질서화할 수 있도록 원하는 부피 분율로 농축되었다. 도 2(b)는 입사광의 방향에 평행 및 수직인 자기장 하에서 광자 구조의 반사 스펙트럼을 도시한다. 입사광에 수직인 자기장은 또한 나노타원체를 수직 배향으로 정렬시켜 면간 간격이 주로 나노타원체의 단축에 의해 결정되며, 그 결과 더 짧은 파장에서 반사 피크가 생성된다. 자기장 방향이 입사광에 평행하게 바뀔 때, 면간 간격이 나노타원체의 장축에 의해 결정되며, 더 긴 파장에서의 반사 피크를 생성한다. 반면에, 자기장 강도는 샘플 둘 다에 대해 파장보다 반사율의 강도에 영향을 미치는 것으로 밝혀진다. 증가된 반사율 강도는 더 강한 자기장 하에서 나노타원체의 더 양호한 배향 질서에서 비롯된 것으로 여겨진다: 그들 내부에 묻힌 제한된 양의 자기 종 때문에, 나노타원체의 회전은 자기 토크가 회전 저항을 극복할 수 있도록 충분히 높은 자기장을 요구한다. 자기장 방향이 고정될 때, 자기장 강도의 변화가 반사 파장을 바꾸지 못한다. 어셈블리의 면간 간격에 대한 나노타원체 간의 자기 상호작용의 기여는 무시할 만 하다고 보이며, 이는 주로 상대적으로 두꺼운 실리카 코팅에 의한 자기 나노로드의 효과적인 분리로 인한 것이다.

[0011] 광자 성질의 튜닝이 자기장 강도의 변화를 통해 면간 간격을 제어함으로써 오직 달성될 수 있는, 구형 입자를 사용하여 조립된 통상적인 콜로이드성 결정과 상이하게, 자기장 방향을 튜닝하면 나노타원체의 동시 회전을 일으키고, 또한 어셈블리의 광자 성질 뿐만 아니라 그들의 면간 간격을 변화시킨다. 견본이 되는 실시양태에 따라, 나노타원체로부터 조립된 구조의 광자 성질은 회전 자기장 하에서 조사되었다. 도 2(c)에 도시된 바와 같이, 반사율 피크의 파장은 자기장 방향이 입사광에 수직일 때 최소값에 도달하고, 자기장이 입사광에 수직인 것에서 평행한 것으로 바뀔 때 점진적으로 적색 편이가 일어난다. 이러한 반사 파장에서의 이동은 자기장 방향의 변화에 즉시 반응하고 (1 초 미만 내에) 완전히 가역적이다. 이러한 자기 튜닝의 주목할 만한 특징은 자기장이 입사광에 평행이거나 수직인 2 개의 종점에서 최대 강도가 달성된다는 것이다. 자기장 방향이 이들 2 개의 종점으로부터 바뀔 때, 상대 강도가 감소하고 중간 지점 (평행 및 수직 방향으로부터 ~ 45 °)에서 최소에 도달하여, 반사율 피크를 전체적으로 U-형상 프로파일로 만든다. 이것은 가장 강한 반사율이 중간 자기장 강도 하에서 오직 달성가능하고 반사율 피크의 프로파일이 역전된 U 커브인, 과거에 보고된 1차원 광자 체인과 비교할 때 주요 차이점이다.

[0012] 나노타원체 어셈블리의 배향 의존성은 자기장 방향이 불균일한 자기장 하에서 광자 패턴을 생성하는 것에서 직접적인 용도를 찾을 수 있다. 도 2(d)에서 나타난 바와 같이, 자화의 공간 회전 패턴을 갖는, 비이상 선형 할 바흐 어레이에 의해 생성된 복잡한 자기장을 받을 때, 평평한 유리판에서 캡슐화된 나노타원체의 분산액이 청색 및 녹색 줄무늬를 함유하는 화려한 패턴을 나타낸다.

[0013] 또한, 배향에 추가로, 광자 어셈블리의 면간 간격은 나노타원체의 부피 분율에 의해 결정된다. 부피 분율이 감

소하면, 나노타원체 간의 거리가 증가하고, 그 결과 반사 파장의 적색-편이 뿐만 아니라 결정 격자의 팽창이 일어난다. 자기장 없이, 상이한 부피 분율 하에서 광자 어셈블리의 반사 스펙트럼을 기록하고 그 다음 도 3(a)에 나타내었다. 부피 분율이 32 %에서 10 %로 감소함에 따라, 반사 피크는 425 nm에서 660 nm으로 이동했다. 일관되게, 도 3 (b)에서 무지개-유사 색 효과가 부피 분율이 구배된 나노타원체의 분산액에서 관찰되었으며, 이는 5 분 동안 3000 rpm에서의 원심분리에 의해 달성되었다.

[0014] 자기장 방향 및 부피 분율 둘 다의 상승작용이 광자 어셈블리의 광학 성질의 광범위한 튜닝을 가능하게 한다. 도 3(c)는 평행 또는 수직 자기장 하에서 또는 자기장 없이 용액의 부피 분율에 따른 피크 위치에서의 변화를 플롯팅하였다. 흥미롭게도, 각 부피 분율에 대해, 평행 및 수직 자기장 하에서 광자 어셈블리의 피크 위치에서의 차이는 흑색 점선으로 표시된 바와 같이, 일정하게 약 105 nm로 남아있다. 피크 위치에서의 이러한 차이는 나노타원체의 장축 및 단축에서의 차이에 기인하고, 따라서 부피 분율에 따라 바뀌지 않는다. 자기장 없이, 나노타원체의 배향은 덜 균일하다. 따라서 어셈블리의 면간 간격 및 반사 피크의 위치는 항상 평행 자기장 하에서의 그것 및 수직 자기장 하에서의 그것 사이에 있다. 외부 자기장의 존재 없이, 나노타원체는 그들 스스로 입사각에 수직인 샘플 용기의 표면을 따라 정렬하는 경향이 있어서, 반사 피크는 심지어 상대적으로 낮은 부피 분율에서도 수직 자기장에서의 경우의 그것과 가깝다 (도 3 (c)). 부피 분율이 증가함에 따라, 자기장 없는 나노타원체의 배향 질서가 향상되고, ~32 %의 높은 부피 분율에서의 피크 위치의 일치에 의해 확인되는 바와 같이, 결국 자기장에 의해 정렬된 경우와 거의 동일하게 된다. 향상된 배향 질서는 더 높은 부피 분율에서 각 나노타원체의 제외되는 부피가 감소함으로써 설명될 수 있다. 나노타원체는 배향 엔트로피를 감소시켰지만 병진 엔트로피를 증가시켜, 대부분의 나노타원체가 평행하게 정렬하는 에너지적으로 유리한 구조에 도달한다.

[0015] 견본이 되는 실시양태에 따라, 회절 성질이 자기장 방향을 제어함으로써 광범위하게 튜닝될 수 있는 새로운 종류의 자기 반응성 광자 결정이 개시된다. 광자 성질의 동적 튜닝이 주로 자기장 강도를 제어함으로써 달성되는, 구형 입자로부터 생성된 통상적인 콜로이드성 결정과 대조적으로, 매우 균일한 형상 및 자기 이방성 나노타원체로부터 조립된 신규 콜로이드성 결정은 자기장 방향이 입사각에 수직일 때 최소 파장에서, 및 자기장이 평행으로 바뀔 때 최대 파장에서 회절한다. 회절 강도는 자기장이 입사광에 평행 또는 수직일 때 최대값에 도달하고, 자기장 방향이 각을 벗어나(off-angle) 바뀔 때 반사율 피크에서 독특한 U-형상 프로파일을 나타내며 감소한다. 자기장 방향에서의 변화에 대한 반응으로 회절에서의 이동은 즉각적이고 완전히 가역적이다. 본 시스템은 형상 및 자기 이방성 나노구조의 어셈블리 행동을 연구하는데 더 많은 기회를 줄 뿐만 아니라 다양한 색 표현 및 디스플레이 응용을 위한 신규 활성 광학 성분을 만들기 위한 새로운 플랫폼을 제공한다.

[0016] 이 공정에서, 출발 물질은 FeOOH 나노로드에 제한되지 않고, 기타 금속 수산화물, 예를 들어 $\text{Co}(\text{OH})_2$, $\text{Ni}(\text{OH})_2$ 및 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 로 확장될 수 있다. 나노입자의 형태는 타원체에 제한되지 않고, 로드, 플레이트, 편구체(oblate spheroid) 등으로 확장될 수 있다. 나노입자를 광자 구조로 조립하기 위한 용매는 물, 에탄올, 글리콜 및 기타 극성 또는 비극성 용매일 수 있지만, 이에 제한되지 않는다. 나노타원체-기재 광자 구조를 생성하기 위한 전형적인 경로는 하기에 열거된다:

[0017] **실시예 1:**

[0018] **FeOOH 나노로드의 합성:**

[0019] 견본이 되는 실시양태에 따라, 공정은 FeOOH 나노로드의 합성으로 시작된다. 70 nm FeOOH 나노로드의 전형적인 합성에서, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 가 40 mL의 탈이온수에 용해되었고 Fe^{3+} 의 농도는 0.02 M로 조정되었다. 용해되지 않은 침전물은 3 분 동안 11000 rpm에서 원심분리 후 폐기되었다. 상등액은 삼구 플라스크에 첨가되고 12 시간 동안 자기 교반 하에 81 °C에서 가열되었다. 그 다음 입자는 원심분리에 의해 분리되고, 수 회 물로 세척되고, 7.2 mL의 물에 분산되었다.

[0020] **FeOOH 나노로드의 표면 개질:**

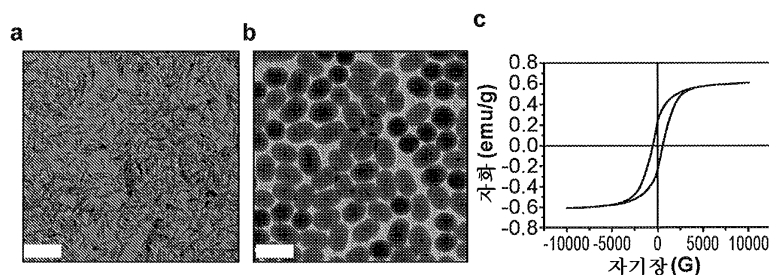
[0021] 합성된 FeOOH 나노로드의 표면은 먼저 폴리아크릴산 (PAA)로 관능화되었다. 전형적으로, 3 mL의 상기 FeOOH 분산액 및 1 mL의 PAA 용액 (7.2 mg/mL)이 초음파처리 하에 16 mL의 물에 첨가되었다. 그 다음 혼합물은 12 시간 동안 교반되어 나노로드가 PAA 관능화할 수 있게 하였다. 그 후, 용액 내 과량의 PAA는 원심분리에 의해 제거되었고, FeOOH 나노로드는 3 mL의 물에 재분산되었다.

[0022] **FeOOH@SiO₂ 나노타원체의 합성:**

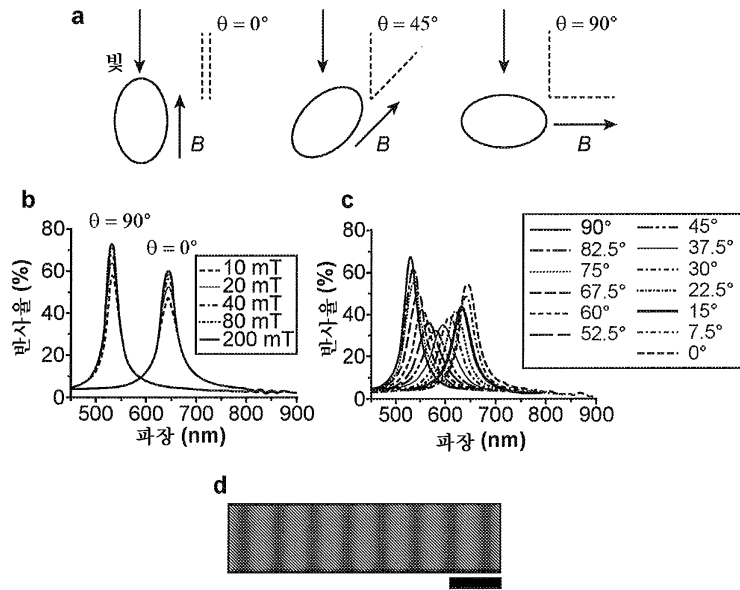
- [0023] PAA-개질된 FeOOH의 수성 분산액 3 mL이 20 mL의 이소프로판올에 첨가된 후, 1 mL의 수산화암모늄 (~28 중량%) 이 첨가되었다. 70 nm FeOOH 나노로드의 실리카 코팅을 위해, 400 μ L의 테트라에틸 오르토실리케이트 (TEOS) 가 TEOS의 전체 양이 2.4 mL에 도달할 때까지 30 분 마다 상기 혼합물에 첨가되었다. 추가 1 시간의 반응 후, FeOOH@SiO₂ 나노타원체가 원심분리에 의해 분리되고, 수 회 에탄올 및 물로 세척되고, 에탄올에 분산되었다.
- [0024] **FeOOH@SiO₂ 나노타원체의 환원:**
- [0025] FeOOH@SiO₂ 나노타원체는 N₂ 보호 하에 500 °C로 가열되고 그 다음 순수 H₂에 의해 2 시간 동안 이 온도에서 환원되어 Fe@SiO₂ 나노타원체를 생성하였다.
- [0026] **나노타원체의 광자 구조로의 조립:**
- [0027] 환원된 나노타원체는 30 분 동안 초음파처리에 의해 물에 재분산되었다. 분산액은 삼구 플라스크에 첨가되고 2 시간 동안 100 °C에서 환류되었다. 나노타원체는 원심분리에 의해 분리되고 수 회 물에 의해 세척되었다. 그 다음 크기 선별이 적용되었고 비분산성 응집체가 2 분 동안 2000 rpm에서 원심분리에 의해 폐기되었다. 나노타원체의 분산액은 먼저 최대 부피 분율 (그 이상에서 응집체가 형성될 것임)로 농축되었고, 그 다음 특정 양의 물이 분산액에 첨가되어 원하는 농도를 만들었다.
- [0028] **실시예 2:**
- [0029] 더 큰 중형비를 갖는 나노타원체가 또한 합성될 수 있다. 110 nm FeOOH 나노로드의 전형적인 합성에서, FeCl₃ · 6H₂O가 40 mL의 탈이온수에 용해되었고 Fe³⁺의 농도는 0.1 M로 조정되었다. 1 g의 CTAB가 용액에 첨가되었다. 용해되지 않은 침전물은 3 분 동안 11000 rpm에서 원심분리 후 폐기되었다. 상등액은 삼구 플라스크에 첨가되고 18 시간 동안 자기 교반 하에 90 °C에서 가열되었다. 그 다음 입자는 원심분리에 의해 분리되고, 수 회 물로 세척되고, 36 mL의 물에 분산되었다.
- [0030] 합성된 FeOOH 나노로드는 유사한 절차에 의해 PAA로 개질되었다. 실리카 코팅을 위해, 200 μ L의 TEOS가 TEOS의 전체 양이 1.2 mL에 도달할 때까지 30 분 마다 상기 혼합물에 첨가되었다. 추가 1 시간의 반응 후, FeOOH@SiO₂ 나노타원체가 원심분리에 의해 분리되고, 수 회 에탄올 및 물로 세척되고, 에탄올에 분산되었다. 그 다음 상기 공정과 유사하게, 나노타원체가 H₂에 의해 환원되고, 물에 재분산되고, 광자 구조로 조립되었다. 또한 조립된 광자 구조가 각-의존성 성질을 나타내고, 그들이 비이상 선형 할바흐 어레이 상에 배치될 때 무지개-유사 패턴을 나타낸다.
- [0031] 그러나, 본 발명은 상기 기재되고 도면에 도시된 실시양태 및 변형에 제한되지 않는다. 다양한 변화, 수정 및 동등물이 첨부된 청구범위에 정의된 바와 같은 본 발명의 사상 및 범위를 벗어나지 않고 당업자에 의해 발생할 수 있다. 청구범위 내에 있는 이러한 변화, 수정 및 동등물 모두가 청구범위에 포함된다는 것이 명백히 의도된다.

도면

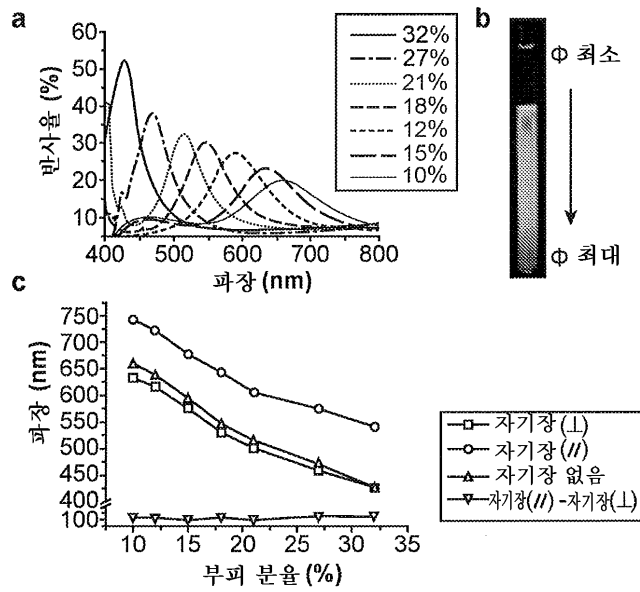
도면1



도면2



도면3



도면4

