



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0044779
(43) 공개일자 2017년04월26일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 33/12 (2006.01) B01J 19/12 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C01B 33/12 (2013.01)
B01J 19/124 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2015-0143844
(22) 출원일자 2015년10월15일
심사청구일자 2015년10월15일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
박상언
인천광역시 남구 매소홀로 340 (학익동, 학익풍림 아이원아파트) 풍림아이원 115동 1402호
김중조
대전광역시 중구 보문산로161번길 56 103동 602호 (문화동, 삼성푸른아파트)
(74) 대리인
(뒷면에 계속)
이원희

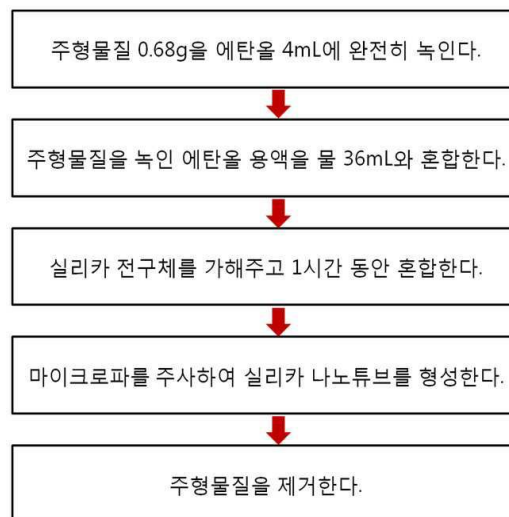
전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 마이크로파를 이용한 실리카 나노튜브의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 마이크로파를 이용한 실리카 나노튜브의 제조방법에 관한 것으로, 상세하게는 주형물질 및 실리카 전구체를 포함하는 혼합 용액을 제조하는 단계(단계 1); 상기 단계 1에서 제조된 혼합 용액에 마이크로파를 조사하여 실리카 나노튜브를 형성하는 단계(단계 2); 및 상기 단계 2에서 형성된 실리카 나노튜브를 추출하는 단계(단계 3)를 포함하는 실리카 나노튜브의 제조방법을 제공한다. 본 발명의 마이크로파를 이용한 실리카 나노튜브의 제조방법은 실리카 나노튜브를 제조하는데 소요되는 전체시간을 18시간 이상 단축할 수 있으며, 마이크로파 조사 조건에 따라 제조되는 실리카 나노튜브의 두께, 내경, 외경 및 길이를 조절할 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C01P 2004/34 (2013.01)

(72) 발명자

모용환

인천광역시 계양구 효서로 149 1동 408호 (효성동, 롯데아파트)

최혜정

경기도 부천시 원미구 부천로161번길 9 (춘의동, 광성아트빌) 202호

한상철

부산광역시 수영구 408번길 55 (우성보라 아파트, 남천1동) 102동 102호

김현돈

경기도 안양시 동안구 귀인로 258 (꿈마을 라이프 아파트) 106동 802호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 52394-1

부처명 산업통상자원부

연구관리전문기관 한국산업기술평가관리원

연구사업명 우수기술연구센터(ATC)사업

연구과제명 고투명 실리카나노튜브(SNT)를 활용한 스마트폰 윈도우용 고강도/고경도/고방오 PC(PMMA) 박막시트 개발 [1단계](2차년도)

기 여 율 1/1

주관기관 인하대학교 산학협력단

연구기간 2015.05.01 ~ 2016.04.30

명세서

청구범위

청구항 1

주형물질 및 실리카 전구체를 포함하는 혼합 용액을 제조하는 단계(단계 1);
상기 단계 1에서 제조된 혼합 용액에 마이크로파를 조사하여 실리카 나노튜브를 형성하는 단계(단계 2); 및
상기 단계 2에서 형성된 실리카 나노튜브를 추출하는 단계(단계 3)를 포함하는 실리카 나노튜브의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 단계 1의 주형물질은 유기 주형물질인 것을 특징으로 하는 실리카 나노튜브의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 단계 1의 실리카 전구체의 양은 주형물질의 몰 수에 대비하여, 2 내지 4배인 것을 특징으로 하는 실리카 나노튜브의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 단계 1의 혼합 용액은 0℃초과 5℃이하의 온도에서 혼합되는 것을 특징으로 하는 실리카 나노튜브의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 단계 2의 공정은 20 내지 30℃의 온도에서, 30분 내지 2시간동안 마이크로파를 조사하여 수행되는 것을 특징으로 하는 실리카 나노튜브의 제조방법.

청구항 6

제1항의 제조방법으로 제조되는 실리카 나노튜브.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 마이크로파를 이용한 실리카 나노튜브의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 최근에, 촉매, 의약품·염료·향수의 방출 조절, 인공세포의 발전, 단백질이나 효소 등의 생활성 물질의 보호 측면에서 널리 응용될 목적으로, 넓은 범위의 내경을 가지는 속이 빈 구형물질에 관한 관심이 급증하였다. 특히, 실리카 나노튜브와 같은, 속이 빈 구형물질은 저밀도, 높은 비표면적, 특정 광학, 화학적 특성에서 다른 고체물질에 비해 강점을 지닌다. 이때, 무기물질로 구성된, 속이 비어있는 구형물질을 합성하기 위해서는, 주형

에 전구체를 입힌 후 주형을 소성 또는 공기에 노출시키는 과정을 통해 원하는 물질을 얻는 코어/셸 합성방법, 구조유도물질을 이용하는 졸-겔(sol-gel) 과정 등을 거치기도 한다. 후자의 방법을 이용하면 비교적 내경의 크기를 조절하기 쉽고, 합성하고자 하는 형태의 구조유도물질을 통해 속이 빈 튜브물질을 형성할 수 있다.

[0005] 실리카 나노튜브와 같은 무기 나노튜브는 뚫려있다는 점에서 물질이 쉽게 접근할 수 있는 특성이 있으며, pH 환경 변화에 따른 무너짐 효과나 다공성 변화가 없고, 생물학적 공격에 취약하지 않아 내부에 갇힌 분자(효소, 의약품 등)가 유지될 수 있다. 또한, 실리카 나노튜브는 센서 등의 전자재료, 유해물질 제거 및 에너지 변환 촉매 담체 등의 환경소재, 다양한 재료의 나노구조체 합성을 위한 모체로 활용될 수 있다. 이때, 선행 연구되었던 실리카 나노튜브는 글라이실도데실아마이드(Glycyldodecylamide, GDA)를 주형으로 하여, 액체 용액 하에서의 자가합성(self-assembly)을 통해 형성될 수 있다. 다만, 실리카 나노튜브의 합성과정 중 실리카 전구체와 계면활성제의 접촉 이후의 나노튜브 형성 시간이 24 내지 72시간으로, 전체 실리카 나노튜브를 제조하기 위해 필요한 27 내지 75시간 중에서 가장 긴 시간을 차지한다는 문제점이 있다.

[0007] 이에, 본 발명에서는 균일한 실리카 나노튜브를 형성하는 시간을 단축시킬 수 있는 방법을 연구하던 중, 마이크로파를 이용하여 실리카 나노튜브를 제조하는 방법을 개발하였다.

선행기술문헌

특허문헌

[0009] (특허문헌 0001) 등록특허공보 10-1351268

비특허문헌

[0010] (비특허문헌 0001) 'Synthesis and Characterization of Silica Nanotube by Glycyldodecylamide as a Template', Bull. Korean Chem. Soc. 2010, Vol. 31, No. 12

발명의 내용

해결하려는 과제

[0011] 본 발명의 목적은 마이크로파를 이용한 실리카 나노튜브의 제조방법을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0013] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은

[0014] 주형물질 및 실리카 전구체를 포함하는 혼합 용액을 제조하는 단계(단계 1);

[0015] 상기 단계 1에서 제조된 혼합 용액에 마이크로파를 조사하여 실리카 나노튜브를 형성하는 단계(단계 2); 및

[0016] 상기 단계 2에서 형성된 실리카 나노튜브를 추출하는 단계(단계 3)를 포함하는 실리카 나노튜브의 제조방법을 제공한다.

[0018] 또한, 본 발명은

[0019] 상기 제조방법으로 제조되는 실리카 나노튜브를 제공한다.

발명의 효과

[0021] 본 발명의 마이크로파를 이용한 실리카 나노튜브의 제조방법은 마이크로파를 이용함으로써, 실리카 나노 튜브를 제조하는데 소요되는 전체시간이 4 내지 6시간으로, 마이크로파를 사용하지 않았을 때와 비교하여 18시간 이상 단축할 수 있다. 또한, 마이크로파 주사 조건에 따라 제조되는 실리카 나노튜브의 두께, 내경, 외경 및 길이를 조절할 수 있다. 따라서, 같은 시간 내에 더 많은 실리카 나노튜브를 비교적 균일한 크기로 합성할 수 있다는 점에서 효율성과 경제성이 증대되는 효과를 나타낸다.

도면의 간단한 설명

[0023] 도 1은 본 발명의 실시예 1에 따른 마이크로파를 이용한 실리카 나노튜브의 제조방법의 예시를 나타낸 모식도이고;

도 2는 본 발명의 실시예 1에 따른 마이크로파를 이용하여 제조된 실리카 나노튜브의 주사전자현미경(SEM) 사진이고;

도 3은 본 발명의 실시예 1에 따른 마이크로파를 이용하여 제조된 실리카 나노튜브의 투과전자현미경(TEM) 사진이고;

도 4는 본 발명의 실시예 2에 따른 마이크로파를 이용하여 제조된 실리카 나노튜브의 주사전자현미경(SEM) 사진이고;

도 5는 본 발명의 실시예 2에 따른 마이크로파를 이용하여 제조된 실리카 나노튜브의 투과전자현미경(TEM) 사진이고;

도 6은 본 발명의 비교예 1에 따른 24시간의 자가 형성으로 제조된 실리카 나노튜브의 주사전자현미경(SEM) 사진이고;

도 7은 본 발명의 비교예 1에 따른 24시간의 자가 형성으로 제조된 실리카 나노튜브의 투과전자현미경(TEM) 사진이고;

도 8은 본 발명의 비교예 2에 따른 72시간의 자가 형성으로 제조된 실리카 나노튜브의 주사전자현미경(SEM) 사진이고;

도 9는 본 발명의 비교예 2에 따른 72시간의 자가 형성으로 제조된 실리카 나노튜브의 투과전자현미경(TEM) 사진이고;

도 10은 본 발명의 실시예 1과 비교예 1에 따른 방법으로 제조된 실리카 나노튜브의 적외선 분석 스펙트럼을 나타낸 분포도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0024] 본 발명은,

[0025] 주형물질 및 실리카 전구체를 포함하는 혼합 용액을 제조하는 단계(단계 1);

[0026] 상기 단계 1에서 제조된 혼합 용액에 마이크로파를 조사하여 실리카 나노튜브를 형성하는 단계(단계 2); 및

[0027] 상기 단계 2에서 형성된 실리카 나노튜브를 추출하는 단계(단계 3)를 포함하는 실리카 나노튜브의 제조방법을 제공한다. 이때, 본 발명의 하기 실시예 1에 따른 마이크로파를 이용한 실리카 나노튜브의 제조방법의 예시에 대한 모식도를 하기 도 1에 나타내었다.

[0029] 이하, 본 발명에 따른 실리카 나노튜브의 제조방법을 각 단계별로 상세히 설명한다.

[0031] 본 발명에 따른 실리카 나노튜브의 제조방법에 있어서, 단계 1은 주형물질 및 실리카 전구체를 포함하는 혼합 용액을 제조하는 단계이다.

- [0032] 실리카 나노튜브(SNT)를 제조할 때, 규격화된 크기의 외경, 내경을 지니기 위해서는 일정한 구조를 가지는 주형이 필요하다. 금속을 이용한 주형은 비싸다는 단점이 있기 때문에 유기물질을 이용한 주형이 바람직하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 특히, 아미노산을 기반물질로 하여 합성된 여러 종류의 아마이드계열의 주형은 크게 아마이드결합으로 구성된 수소결합기, 아민기로 이루어진 극성기, 탄소와 수소로만 이루어진 상대적으로 긴 크기의 비극성기로 이루어져 있다. 이때, 수소결합기는 주형의 일정한 배열을 지니도록 하여 실리카 나노 튜브의 외경, 내경, 벽의 두께를 결정해주고, 극성기는 실리카와 수소 결합을 형성하며 비극성기는 실리카 나노 튜브의 길이를 결정할 수 있다. 아마이드계열의 주형을 이용하여 실리카 나노튜브를 합성하게 될 경우, 보다 경제적이고 친환경적인 방법으로 실리카 나노튜브를 합성할 수 있다. 따라서 상기 단계 1의 주형물질은 유기 주형물질일 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0034] 또한, 상기 단계 1의 실리카 전구체의 양은 주형물질의 몰 수에 대비하여, 2 내지 4배일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 만약, 실리카 전구체의 양이 주형물질의 몰 수에 대비하여, 2배 미만일 경우에는 실리카 나노튜브가 형성되지 않는 문제가 있을 수 있으며, 4배 초과일 경우에는 나노튜브의 형태가 아닌, 실리카 덩어리의 형태로 형성되는 문제가 발생할 수 있다.
- [0036] 나아가, 상기 단계 1의 혼합 용액은 주형의 수소 결합을 활발하게 진행시키기 위하여, 0℃초과 5℃이하의 온도에서 혼합되는 것이 바람직하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 만약, 주형물질 및 실리카 전구체를 포함하는 혼합 용액이 0℃이하의 온도에서 혼합될 경우에는 혼합액이 응고되어 전구체가 균일하게 혼합되지 않는 문제가 발생할 수 있다.
- [0038] 본 발명에 따른 실리카 나노튜브의 제조방법에 있어서, 단계 2는 상기 단계 1에서 제조된 혼합 용액에 마이크로파를 조사하여 실리카 나노튜브를 형성하는 단계이다.
- [0039] 상기 단계 1에서 제조된 혼합 용액에는 주형물질 및 실리카 전구체가 포함되어 있으며, 상기 주형물질 주변으로 실리카 전구체가 가수분해 반응을 통해 실리카 나노튜브가 형성되는 과정에서 마이크로파를 이용함으로써, 18시간 이상의 합성 시간을 단축할 수 있고, 합성 물질의 주변 온도와 압력에 관계없이 균일하게 온도를 유지할 수 있다.
- [0040] 마이크로파를 에너지원으로 사용하는 가열과정은 매우 즉각적으로 발생하고, 특정 물질에 선택적이며, 반응물질이 그것을 가열하는 에너지원과 직접적으로 접촉하지 않아도 되는 장점이 있다. 또한, 기존의 수열합성 방법에 비해 빠르고 균일한 가열, 균일 핵성장, 급속 결정화가 가능하므로, 합성 및 반응시간을 줄이고 무해한 합성 환경을 제공할 수 있다. 따라서, 본 발명의 마이크로파를 이용하여 제조된 실리카 나노튜브(SNT)는 기존의 마이크로파 없이 제조된 경우와 비교하여, 합성 시간을 최소 1/10로 단축시킬 수 있으며, 보다 균일한 실리카 나노튜브(SNT)를 합성할 수 있다.
- [0041] 또한, 마이크로파 주사 시간 및 세기 조건에 따라, 실리카 나노튜브 벽의 두께, 내경(inner diameter), 외경(outside diameter) 및 길이를 조절할 수 있다. 따라서, 본 발명의 마이크로파를 이용하여 수득된 실리카 나노튜브(SNT)의 내경 및 외경은 기존의 실리카 나노튜브보다 크고, 길이는 길며, 벽의 두께는 두껍게 얻을 수 있다.
- [0043] 나아가, 상기 단계 2의 공정은 20 내지 30℃의 온도에서, 30분 내지 2시간동안 마이크로파를 주사하여 수행될 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0044] 또한, 마이크로파를 30분 미만의 시간동안 주사한다면 실리카 나노튜브가 형성되지 않는 문제가 있을 수 있고, 2시간을 초과하여 주사한다면 나노튜브의 형태가 아닌, 실리카 덩어리의 형태로 형성되는 문제가 발생할 수 있다.
- [0046] 본 발명에 따른 실리카 나노튜브의 제조방법에 있어서, 단계 3은 상기 단계 2에서 형성된 실리카 나노튜브를 추

출하는 단계이다.

- [0047] 상기 단계 2에서 마이크로파를 주사하여 단시간에 형성된 실리카 나노튜브는 예를 들어, 에탄올과 물로 씻어준 후, 100℃의 오븐에서 건조시킴으로써, 주형물질은 제거하고, 실리카 나노튜브를 추출할 수 있다.
- [0049] 또한, 본 발명은
- [0050] 상기 제조방법으로 제조되는 실리카 나노튜브를 제공한다.
- [0052] 실리카 물질을 합성함에 있어서, SiO₂로 주로 구성되는 것이 중요하다. SiO₂가 아닌 Si-OH의 형태로 결합이 이루어질 경우, SiO₂의 순도가 감소할 뿐만 아니라, 견고함도 떨어지게 된다. 주로 수열합성법(Hydrothermal method)을 사용하여 실리카 물질을 합성할 때 이러한 현상이 발생하며, 마이크로파를 이용하여 합성된 실리카 물질은 수열합성법을 이용하여 합성된 실리카 물질보다 더 높은 SiO₂의 비율을 나타낸다.
- [0053] 마이크로파를 이용하면 비교적 균일한 크기의 실리카 나노튜브를 제조할 수 있으므로, 소요되는 전체시간을 18시간 이상 단축할 수 있으며, 마이크로파 주사 시간 또는 세기 조건에 따라 제조되는 실리카 나노튜브의 두께, 내경, 외경 및 길이를 조절할 수 있다.
- [0055] 이하 본 발명을 실시예를 통하여 더욱 구체적으로 설명한다. 단 하기 실시예들은 본 발명의 설명을 위한 것일 뿐 본 발명의 범위가 하기 실시예에 의하여 한정되는 것은 아니다.
- [0057] <실시예 1> 실리카 나노튜브의 제조 1
- [0058] 단계 1: 아마이드계열의 유기 주형 중 하나인 글라이실도데실아마이드 (Glycylododecylamide) 0.68g을 4mL의 에탄올에 녹인 후, 이에 증류수 36mL를 가하여 혼합하였다.
- [0060] 단계 2: 상기 단계 1의 용액을 30분동안 4℃의 온도에서 혼합한 후, 테트라에틸오쏘실리케이트(tetraethylorthosilicate) 2.5mL를 가하여 4℃의 온도에서 1시간동안 혼합하였다.
- [0062] 단계 3: 25℃에서, 상기 단계 2의 혼합용액에 전력 400W의 마이크로파를 1시간동안 주사하여 실리카 나노튜브를 형성하였다.
- [0064] 단계 4: 상기 단계 3에서 형성된 실리카 나노튜브를 에탄올과 물로 씻어준 후, 100℃의 오븐에서 건조시켰다.
- [0066] <실시예 2> 실리카 나노튜브의 제조 2
- [0067] 상기 실시예 1의 단계 3에서 마이크로파를 2시간동안 주사한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 실리카 나노튜브를 제조하였다.
- [0069] <실시예 3> 실리카 나노튜브의 제조 3
- [0070] 상기 실시예 1의 단계 3에서 마이크로파 전력의 세기를 200W로 수행한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 실리카 나노튜브를 제조하였다.
- [0072] <실시예 4> 실리카 나노튜브의 제조 4

[0073] 상기 실시예 1의 단계 3에서 마이크로파 전력의 세기를 600W로 수행한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 실리카 나노튜브를 제조하였다.

[0075] <비교예 1>

[0076] 단계 1: 아마이드계열의 유기 주형 중 하나인 글라이실도데실아마이드 (Glycyl dodecylamide) 0.68g을 4mL의 에탄올에 녹인 후, 이에 증류수 36mL를 가하여 혼합하였다.

[0078] 단계 2: 상기 단계 1의 용액을 30분동안 4℃의 온도에서 혼합한 후, 테트라에틸오쏘실리케이트 (tetraethylorthosilicate) 2.5mL를 가하여 4℃의 온도에서 1시간동안 혼합하였다.

[0080] 단계 3: 상기 단계 2의 혼합용액을 25℃의 온도가 유지되는 조건 하에서, 24시간동안 어떠한 변화를 주지 않고, 유기 주형인 글라이실도데실아마이드의 주변으로 실리카 나노튜브가 자가 형성되도록 하였다.

[0082] <비교예 2>

[0083] 상기 비교예 1의 단계 3의 자가 형성이 72시간동안 수행된 것을 제외하고는, 상기 비교예 1과 동일하게 수행하여 실리카 나노튜브를 제조하였다.

[0085] <실험예 1> 마이크로파의 이용 유무에 따른 실리카 나노튜브의 수치 비교

[0086] 본 발명의 실시예 1, 2 및 비교예 1, 2에 있어서, 마이크로파 이용 유무에 따른 실리카 나노튜브의 길이 및 외경은 주사 전자 현미경(SU 8010)을 통하여, 두께 및 내경은 투과 전자 현미경(CM 200)을 통하여 분석한 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

[0088]

	SNT 벽의 두께 (nm)	내경 (nm)	외경 (nm)	길이 (nm)
실시예 1	20-40	30-40	60-70	~3000
실시예 2	20-30	15-30	80-85	~10000
비교예 1	10-25	20-30	50-60	~2000
비교예 2	10-20	40-50	85-90	5000-20000

[0090] 상기 표 1에 나타난 바와 같이, 마이크로파를 이용한 실시예 1의 실리카 나노튜브 벽의 두께는 마이크로파를 이용하지 않은 비교예 1의 두께보다 10 내지 30nm만큼 더 두껍고, 내경 및 외경은 10 내지 20nm만큼 더 크며, 길이는 약 1000nm만큼 더 긴 수치를 나타냄을 확인할 수 있다. 또한 이를 통해, 1 내지 2시간의 마이크로파의 주사만으로도, 24시간의 자가 형성 시간 없이도, 보다 향상된 수치를 나타내는 실리카 나노튜브를 형성할 수 있음을 알 수 있다.

[0092] <실험예 2> 실리카 나노튜브의 분석 1

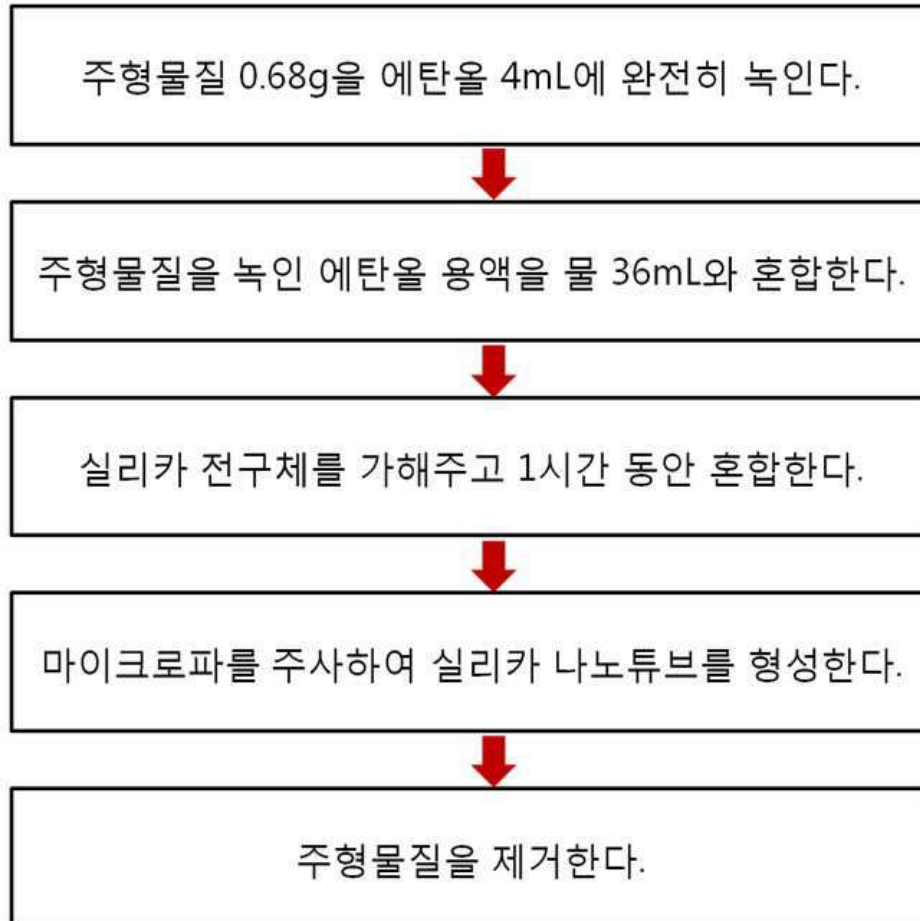
[0093] 상기 실시예 1의 공정을 통해 제조된 실리카 나노튜브를 주사 전자 현미경(SU 8010) 및 투과 전자 현미경(CM 200)을 통하여 관찰한 결과를 각각 하기 도 2 및 3에 나타내었다.

- [0095] 도 2에 나타난 바와 같이, 마이크로파를 이용하는 실시예 1의 공정을 통해 제조된 실리카 나노튜브는 외경이 60 내지 70nm, 튜브의 길이가 최대 3000nm인, 균일한 나노튜브로 제조됨을 확인할 수 있다.
- [0096] 도 3에 나타난 바와 같이, 실리카 나노튜브의 내부 구조를 명확하게 확인할 수 있으며, 마이크로파를 이용하는 실시예 1의 공정을 통해 제조된 실리카 나노튜브는 내경이 30 내지 40nm, 튜브의 두께가 20 내지 40nm로, 균일하게 형성됨을 알 수 있다.
- [0098] <실험예 3> 실리카 나노튜브의 분석 2
- [0099] 상기 실시예 2의 공정을 통해 제조된 실리카 나노튜브를 주사 전자 현미경(SU 8010) 및 투과 전자 현미경(CM 200)을 통하여 관찰한 결과를 각각 하기 도 4 및 5에 나타내었다.
- [0101] 도 4에 나타난 바와 같이, 마이크로파를 이용하는 실시예 2의 공정을 통해 제조된 실리카 나노튜브는 외경이 80 내지 85nm, 튜브의 길이가 최대 10000nm인, 균일한 나노튜브로 제조됨을 확인할 수 있다.
- [0102] 도 5에 나타난 바와 같이, 실리카 나노튜브의 내부 구조를 명확하게 확인할 수 있으며, 마이크로파를 이용하는 실시예 2의 공정을 통해 제조된 실리카 나노튜브는 내경이 15 내지 30nm, 튜브의 두께가 20 내지 30nm로, 균일하게 형성됨을 알 수 있다.
- [0104] <실험예 4> 실리카 나노튜브의 분석 3
- [0105] 상기 비교예 1의 공정을 통해 제조된 실리카 나노튜브를 주사 전자 현미경(SU 8010) 및 투과 전자 현미경(CM 200)을 통하여 관찰한 결과를 각각 하기 도 6 및 7에 나타내었다.
- [0107] 도 6에 나타난 바와 같이, 마이크로파를 이용하지 않은 비교예 1의 공정을 통해 제조된 실리카 나노튜브는 외경이 50 내지 60nm, 튜브의 길이가 최대 2000nm의 나노튜브로 제조됨을 확인할 수 있다.
- [0108] 도 7에 나타난 바와 같이, 마이크로파를 이용하지 않은 비교예 1의 공정을 통해 제조된 실리카 나노튜브는 내경이 20 내지 30nm, 튜브의 두께가 10 내지 25nm로 형성됨을 알 수 있다.
- [0110] <실험예 5> 실리카 나노튜브의 분석 4
- [0111] 상기 비교예 2의 공정을 통해 제조된 실리카 나노튜브를 주사 전자 현미경(SU 8010) 및 투과 전자 현미경(CM 200)을 통하여 관찰한 결과를 각각 하기 도 8 및 9에 나타내었다.
- [0113] 도 8에 나타난 바와 같이, 마이크로파를 이용하지 않은 비교예 2의 공정을 통해 제조된 실리카 나노튜브는 외경이 85 내지 90nm, 튜브의 길이가 5000 내지 20000nm의 나노튜브로 제조됨을 확인할 수 있다.
- [0114] 도 9에 나타난 바와 같이, 마이크로파를 이용하지 않은 비교예 2의 공정을 통해 제조된 실리카 나노튜브는 내경이 40 내지 50nm, 튜브의 두께가 10 내지 20nm로 형성됨을 알 수 있다.
- [0116] <실험예 6> 실리카 나노튜브의 적외선 분광 분석
- [0117] 상기 실시예 1 및 비교예 1의 공정을 통해 제조된 실리카 나노튜브를 적외선 분광법으로 분석(Nicolet 6700)한 결과를 하기 도 10에 나타내었다.
- [0119] 도 10에 나타난 바와 같이, 적외선 파장의 3500 내지 3000 cm^{-1} 범위에서 자가 형성 방법으로 제조된 실리카 나노튜브는 넓은 피크(peak)를 가지는데, 이는 Si-OH의 형태로 존재하는 하이드록시 작용기(-OH)로 인한 것이다. 마

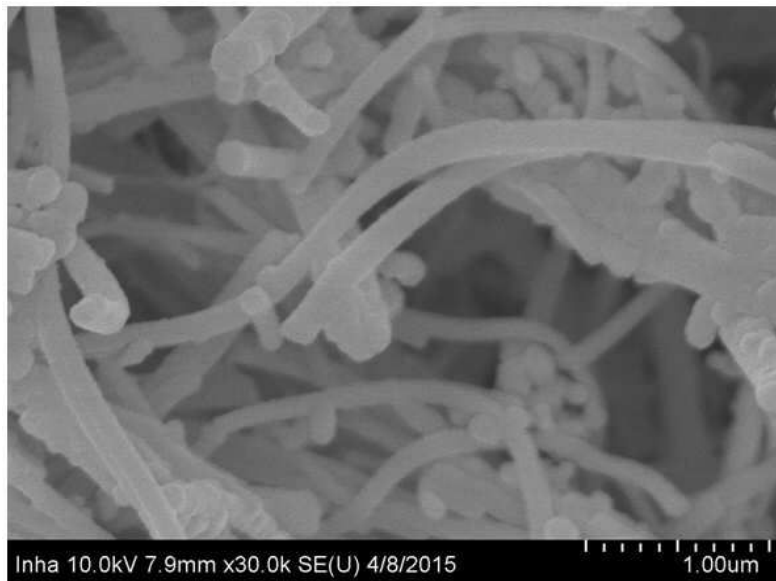
이크로파를 이용하여 제조된 실리카 나노튜브는 자가 형성 방법으로 제조된 실리카 나노튜브보다 적은 분포의 Si-OH를 가지는 것을 알 수 있다. 이를 통해 마이크로파를 이용하여 제조된 실리카 나노튜브 내의 실리카의 결합이 자가 형성 방법으로 제조된 실리카 나노튜브보다 더 우수함을 확인할 수 있다.

도면

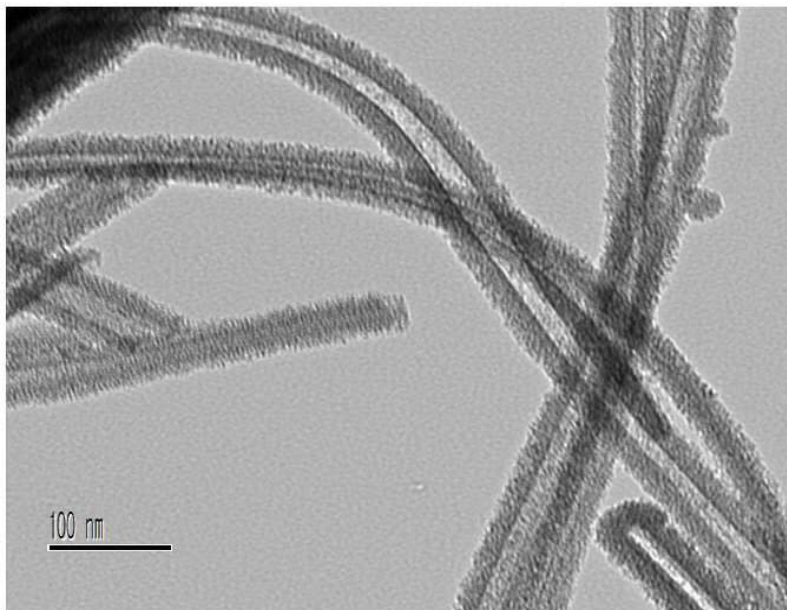
도면1



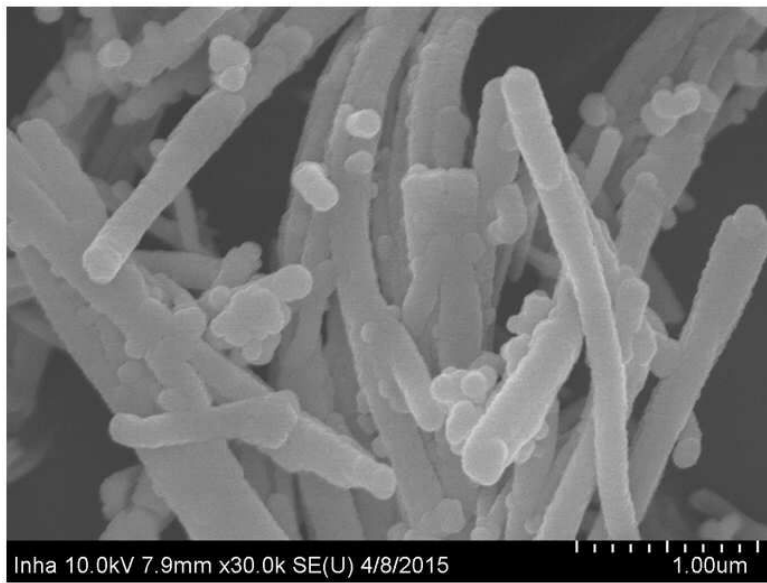
도면2



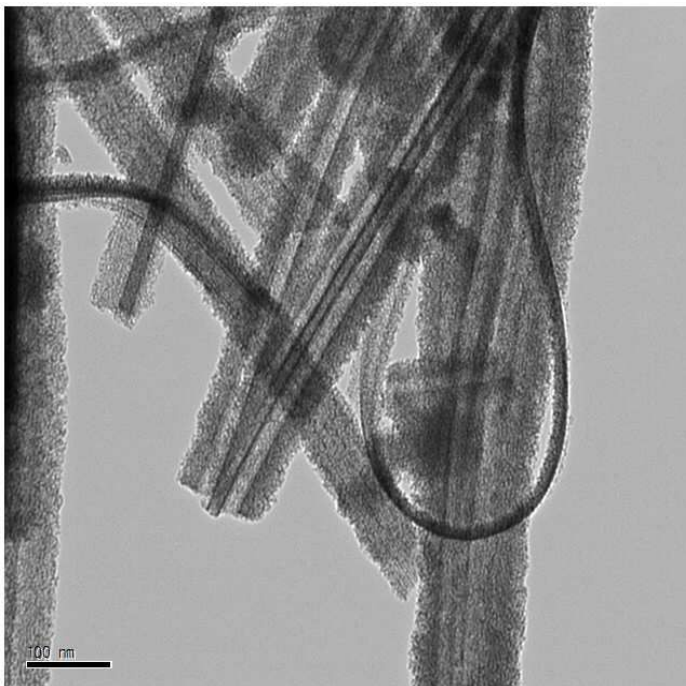
도면3



도면4



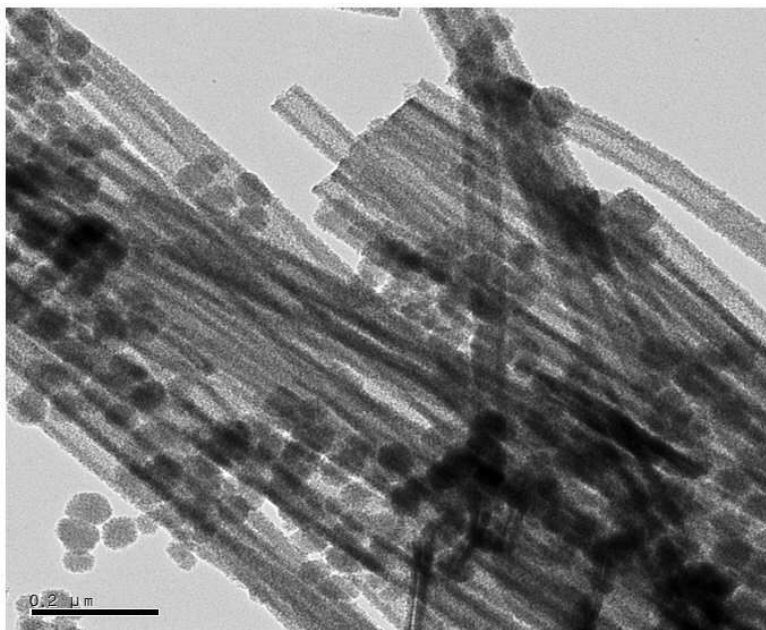
도면5



도면6



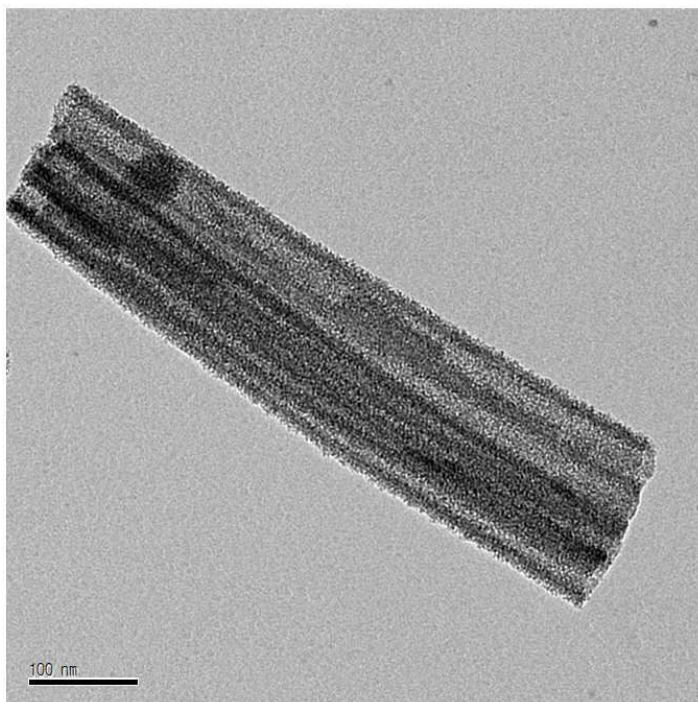
도면7



도면8



도면9



도면10

