



등록특허 10-2457886



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2022년10월21일

(11) 등록번호 10-2457886

(24) 등록일자 2022년10월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C30B 30/02 (2006.01) *B82B 3/00* (2017.01)

C30B 1/12 (2006.01) *C30B 29/16* (2006.01)

C30B 29/60 (2006.01) *B82Y 40/00* (2017.01)

(52) CPC특허분류

C30B 30/02 (2013.01)

B82B 3/0009 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2020-0119054

(22) 출원일자 2020년09월16일

심사청구일자 2020년09월16일

(65) 공개번호 10-2022-0036624

(43) 공개일자 2022년03월23일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020040070117 A*

(뒷면에 계속)

전체 청구항 수 : 총 11 항

(73) 특허권자

연세대학교 산학협력단

서울특별시 서대문구 연세로 50 (신촌동, 연세대학교)

(72) 발명자

이규형

서울특별시 서대문구 연세로 50 제2공학관 B319

진창현

인천광역시 서구 모월곶로 41 아시아드 대광로제비앙 107동 1101호

최명식

경기도 양주시 독바위로 55 용보아파트 908호

(74) 대리인

노경규

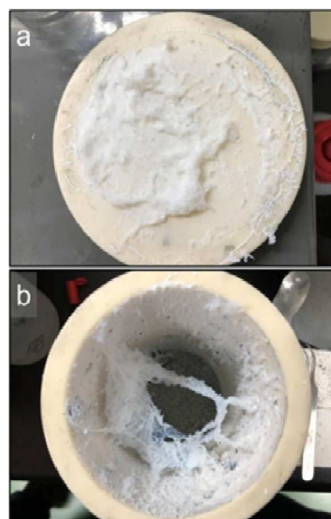
심사관 : 김광철

(54) 발명의 명칭 성게 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법

(57) 요약

본 발명의 ZnO 나노와이어의 제조방법은 성게 모양처럼 ZnO 핵을 중심으로 ZnO 나노와이어를 3차원으로 성장시키는 방식으로, 마이크로웨이브파의 고에너지를 이용하여 저렴한 비용으로 단시간에 ZnO 나노와이어를 대량생산할 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C30B 1/12 (2013.01)
C30B 29/16 (2013.01)
C30B 29/60 (2013.01)
B82Y 40/00 (2013.01)

(56) 선행기술조사문헌

F. Solis-Pomar et al., *Ceramics International*,
 2016, 42, pages 18045-18052*
 Hyoun Woo Kim et al., *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2017, 249, pages 590-601*
 KR101637005 B1
 KR1020170099780 A
 KR1020090097244 A
 KR1020050005122 A
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	2020110730
과제번호	2Z06430
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국과학기술연구원
연구사업명	연세-KIST 융합연구사업
연구과제명	전자세라믹 유전물성 극대화를 위한 원료 및 복합구조화 소재 기술
기 여 율	50/100
과제수행기관명	연세대학교 산학협력단
연구기간	2020.04.01 ~ 2020.12.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1345332192
과제번호	2019R1A6A1A11055660
부처명	교육부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	대학중점연구소지원 (후속연구)
연구과제명	나노과학기술연구소
기 여 율	50/100
과제수행기관명	연세대학교 산학협력단
연구기간	2021.03.01 ~ 2022.02.28

명세서

청구범위

청구항 1

(a) ZnO 나노파우더와 흑연 분말을 혼합하여 혼합물을 제조하는 단계; 및

(b) 상기 혼합물을 용기에 넣고 마이크로웨이브파를 조사하는 단계;를 포함하고,

단계 (b)가,

상기 마이크로웨이브파를 5 내지 20회, 각각 10 내지 60초 동안 조사하는 복수의 단계를 포함하고, 상기 복수의 단계 사이에 상기 혼합물을 섞어주는 단계를 포함하고,

단계 (b)에서,

상기 조사된 마이크로웨이브파의 에너지에 의해 상기 혼합물에 포함된 상기 흑연 분말이 산화탄소 가스를 생성하고,

상기 용기는 뚜껑을 포함하고,

상기 산화탄소 가스에 의해 상기 용기의 내부 압력이 1 내지 5 기압까지 증가되고,

증가된 상기 내부 압력에 의해 상기 용기의 뚜껑이 열리면서 상기 내부 압력을 상압으로 감압시켜 상기 혼합물에 포함된 상기 ZnO 나노파우더로부터 랜덤하게 ZnO 핵을 생성하고, ZnO 나노와이어를 성장시키는 것인,

성게 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 흑연 분말은 팽창 흑연(expandable graphite) 분말인 것을 특징으로 하는 성게 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 팽창 흑연 분말은 70 내지 90 메쉬(mesh) 채로 거른 것을 특징으로 하는 성게 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 용기는 알루미늄이나 도가니인 것을 특징으로 하는 성게 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 단계 (a)에서,

상기 ZnO 나노파우더 100 중량부에 대해 상기 흑연 분말을 1 내지 20 중량부의 중량 비율로 혼합하는 것을 특징으로 하는 성게 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법.

청구항 6

제5항에 있어서, 단계 (a) 이후에,

(a-1) 상기 혼합물을 볼 밀링(ball milling)하는 단계를 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 성계 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 볼 밀링을 10 내지 60분 동안 수행하는 것을 특징으로 하는 성계 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법.

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

제1항에 있어서,

상기 조사된 마이크로웨이브파의 에너지에 의해 상기 혼합물에 포함된 상기 흑연 분말이 불꽃을 생성하는 것을 특징으로 하는 성계 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법.

청구항 13

제12항에 있어서,

상기 불꽃이 상기 혼합물에 포함된 상기 ZnO 나노파우더의 일부 또는 전부를 동적인 상태로 만들고,

상기 동적인 상태의 ZnO 나노파우더로부터 랜덤하게 ZnO 핵을 생성하고, ZnO 나노와이어를 성장시키는 것을 특징으로 하는 성계 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법.

청구항 14

제1항에 있어서,

상기 조사된 마이크로웨이브파의 에너지에 의해 상기 혼합물이 산화탄소 가스 및 Zn 가스를 생성하는 것을 특징으로 하는 성계 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법.

청구항 15

제14항에 있어서,

상기 Zn 가스로부터 랜덤하게 ZnO 핵을 생성하고, ZnO 나노와이어를 성장시키는 것을 특징으로 하는 성게 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 성게 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법에 관한 것으로, 성게 모양처럼 ZnO 핵을 중심으로 ZnO 나노와이어를 3차원으로 성장시키는 성게 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법에 대한 것이다.

배경 기술

[0002] 최근, 나노 크기의 물질과 재료들은 새로운 전기적, 화학적, 전자적, 기계적인 특성을 가짐에 따라 과학 기술계에서 활발히 연구되고 있다. 특히 산화아연 나노와이어는 산화아연의 다양한 특성들에 의해 최근 연구가 급증하는 추세이다. 산화아연은 광역 밴드갭(wide bandgap)의 다이렉트 밴드갭(direct bandgap) 물질로서 자외선 센서로도 유망한 재료이며, 압전 성질에 의해 소(SAW) 소자, 나노 발전기 등으로도 연구되고, 태양 전지의 재료로도 활발히 연구되고 있다.

[0003] 또한, 산화아연은 일차원 형상의 나노와이어로 쉽게 제조될 수 있고, 잘 정렬된 산화아연 나노와이어는 우수한 전계 방출 특성을 나타내므로, 산화아연 나노구조를 이용하여 태양 전지, 화학 센서, 필드 이미션 전자 방출원, 나노 발전기 등에 적용하기 위한 연구가 진행되고 있다.

[0004] 저비용의 액상법으로 ZnO 나노와이어를 제조하는 시도도 이루어졌다. 상기 액상법은 계면활성제를 포함하는 수용액에서 ZnO 나노와이어를 제조하는 방법으로서, 이 방법에 의해 제조된 ZnO 나노와이어는 용액내에서 기관에 붙어있지 않은 free-standing한 형태로 제조된다. 그러나, 상기 액상법은 ZnO 나노와이어의 모양 및 크기의 제어를 위해 계면활성제를 사용하기 때문에, 제조된 ZnO 나노와이어의 표면에도 계면활성제가 존재하게 되어 ZnO 나노와이어 표면의 접촉저항(contact resistance)이나 에너지 장벽(energy barrier)을 형성하는 문제점이 있었다.

[0005] 이로 인해, 건식으로 ZnO 나노와이어를 제조하려는 시도가 있었으며, 기상 성장(vapor growth)에 의해 제조되는 ZnO 나노와이어는 기관 위에 Au 등의 촉매를 배치하여 CVD 등의 방법으로 고온 및 고진공하에 상기 기관 위에서 합성된다. 이에 따라, ZnO 나노와이어는 기관에 붙어있는 형태로 제조되며, 대량생산이 용이하지 않은 문제점이 있었다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명의 목적은 종래의 문제점을 해결하는 것으로, 기관에 붙어있는 형태가 아닌 성게 모양처럼 ZnO 핵을 중심으로 ZnO 나노와이어를 3차원으로 성장시킬 수 있고, 저렴한 비용으로 단시간에 ZnO 나노와이어를 대량생산할 수 있는 방법을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0007] 본 발명의 일 측면에 따르면, (a) ZnO 나노파우더와 흑연 분말을 혼합하여 혼합물을 제조하는 단계; 및 (b) 상기 혼합물을 용기에 넣고 마이크로웨이브파를 조사하는 단계;를 포함하는 성게 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법이 제공된다.

[0008] 상기 흑연 분말은 팽창 흑연(expandable graphite) 분말일 수 있다.

[0009] 상기 팽창 흑연 분말은 70 내지 90 메쉬(mesh) 체로 거른 것일 수 있다.

[0010] 상기 용기는 알루미늄 도가니일 수 있다.

[0011] 단계 (a)에서, 상기 ZnO 나노파우더 100 중량부에 대해 상기 흑연 분말을 1 내지 20 중량부의 중량 비율로 혼합할 수 있다.

- [0012] 단계 (a) 이후에, (a-1) 상기 혼합물을 볼 밀링(ball milling)하는 단계를 추가로 포함할 수 있다.
- [0013] 상기 볼 밀링을 10 내지 60분 동안 수행할 수 있다.
- [0014] 단계 (b)가, 상기 마이크로웨이브파를 5 내지 20회, 각각 10 내지 60초 동안 조사하는 복수의 단계를 포함할 수 있다.
- [0015] 상기 복수의 단계 사이에 상기 혼합물을 섞어주는 단계를 추가로 포함할 수 있다.
- [0016] 단계 (b)에서, 상기 조사된 마이크로웨이브파의 에너지에 의해 상기 혼합물에 포함된 상기 흑연 분말이 산화탄소 가스를 생성할 수 있다.
- [0017] 상기 용기는 뚜껑을 포함하고, 상기 산화탄소 가스에 의해 상기 용기의 내부 압력이 1 내지 5 기압까지 증가되고, 증가된 상기 내부 압력에 의해 상기 용기의 뚜껑이 열리면서 상기 내부 압력을 상압으로 감압시켜 상기 혼합물에 포함된 상기 ZnO 나노파우더로부터 랜덤하게 ZnO 핵을 생성하고, ZnO 나노와이어를 성장시킬 수 있다.
- [0018] 상기 조사된 마이크로웨이브파의 에너지에 의해 상기 혼합물에 포함된 상기 흑연 분말이 불꽃을 생성할 수 있다.
- [0019] 상기 불꽃이 상기 혼합물에 포함된 상기 ZnO 나노파우더의 일부 또는 전부를 동적인 상태로 만들고, 상기 동적인 상태의 ZnO 나노파우더로부터 랜덤하게 ZnO 핵을 생성하고, ZnO 나노와이어를 성장시킬 수 있다.
- [0020] 상기 조사된 마이크로웨이브파의 에너지에 의해 상기 혼합물이 산화탄소 가스 및 Zn 가스를 생성할 수 있다.
- [0021] 상기 Zn 가스로부터 랜덤하게 ZnO 핵을 생성하고, ZnO 나노와이어를 성장시킬 수 있다.

발명의 효과

- [0022] 본 발명의 ZnO 나노와이어의 제조방법은 성게 모양처럼 ZnO 핵을 중심으로 ZnO 나노와이어를 3차원으로 성장시키는 방식으로, 마이크로웨이브파의 고에너지를 이용하여 저렴한 비용으로 단시간에 ZnO 나노와이어를 대량생산할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0023] 도 1은 본 발명의 일실시예에 따라 제조된 성게 모양의 ZnO 나노와이어의 사진이다.
- 도 2는 본 발명의 일실시예에 따라 제조된 성게 모양의 ZnO 나노와이어의 TEM 이미지와 조성을 나타낸 것이다.
- 도 3은 본 발명의 성게 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법의 하나의 메커니즘을 개략적으로 나타낸 것이다.
- 도 4은 본 발명의 성게 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법의 다른 하나의 메커니즘을 개략적으로 나타낸 것이다.
- 도 5는 본 발명의 성게 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법의 또 다른 하나의 메커니즘을 개략적으로 나타낸 것이다.
- 도 6은 본 발명의 일실시예에 따라 제조된 성게 모양의 ZnO 나노와이어와 종래 ZnO 나노구조의 XRD와 PL(Photoluminescence, 광발광)을 비교한 그래프이다.
- 도 7은 본 발명의 일실시예에 따라 제조된 성게 모양의 ZnO 나노와이어의 SEM 이미지이다.
- 도 8은 본 발명의 일실시예에 따라 제조된 성게 모양의 ZnO 나노와이어의 조성별 분포를 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0024] 이하, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시예를 상세히 설명하도록 한다.
- [0025] 그러나, 이하의 설명은 본 발명을 특정한 실시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명을 설명함에 있어서 관련된 공지 기술에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 흐릴 수 있다고 판단되는 경우 그 상세한 설명을 생략한다.
- [0026] 본원에서 사용한 용어는 단지 특정한 실시예를 설명하기 위해 사용된 것으로, 본 발명을 한정하려는 의도가 아니다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. 본 출원에서, "포함하

다", "함유하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.

- [0027] 이하, 본 발명의 실시예를 상세히 설명하기로 한다. 다만, 이는 예시로서 제시되는 것으로, 이에 의해 본 발명이 제한되지는 않으며 본 발명은 후술할 청구범위의 범주에 의해 정의될 뿐이다.
- [0029] 이하, 본 발명의 성게(sea urchin) 모양의 ZnO 나노와이어 제조방법에 대해 설명하도록 한다.
- [0031] 먼저, ZnO 나노파우더와 흑연 분말을 혼합하여 혼합물을 제조한다(단계 a).
- [0032] 상기 흑연 분말은 바람직하게는 팽창 흑연(expandable graphite) 분말일 수 있다.
- [0033] 팽창 흑연은 결정질 흑연의 부피가 100 내지 250%로 팽창한 흑연으로, 결정질 흑연을 크롬산 및 묽은 황산 용액에 의해 산화시키고, 빨리 가열하면 산화물이 흑연의 층 사이에 집적되어 팽창된다.
- [0034] 상기 팽창 흑연 분말은 70 내지 90 메쉬(mesh), 채로 거른 것일 수 있고, 바람직하게는 75 내지 85 메쉬 채로 거른 것일 수 있다. 70 메쉬 미만의 채로 거르면, 팽창 흑연 분말끼리 응집이 일어나 효율이 떨어지고, 90 메쉬를 초과하는 채로 거른 경우 ZnO 파우더와의 분산이 골고루 되지 않을 수 있다.
- [0035] 상기 ZnO 나노파우더 100 중량부에 대해 상기 흑연 분말을 1 내지 20 중량부의 중량 비율로 혼합할 수 있고, 바람직하게는 5 내지 10 중량부의 중량 비율로 혼합할 수 있다. 상기 ZnO 나노파우더 100 중량부에 대해 상기 흑연 분말이 20 중량부를 초과하게 되면, 상기 용기의 온도가 너무 높아져서 깨질 수 있고, 상기 흑연 분말이 1 중량부 미만이면 상기 용기의 온도가 충분하지 못해 ZnO 핵생성이 불가능 할 수 있다.
- [0036] 추가적으로, 상기 혼합물을 볼 밀링(ball milling)할 수 있다(단계 a-1).
- [0037] 상기 볼 밀링은 10 내지 60분 동안 수행될 수 있고, 바람직하게는 20 내지 40분 동안 수행될 수 있다. 10분 미만의 시간 동안 볼 밀링할 경우, 분산이 충분히 안될 수 있고, 60분을 초과하면 발생하는 열에 의해 상기 혼합물이 응집될 수 있다.
- [0039] 다음으로, 상기 혼합물을 용기에 넣고 마이크로웨이브파를 조사한다(단계 b).
- [0040] 상기 용기는 알루미늄이나 도가니일 수 있고, 바람직하게는 뚜껑을 포함할 수 있다.
- [0041] 상기 마이크로웨이브파를 조사하는 단계는 마이크로웨이브파를 한 번 조사하는 단일 단계가 아니라, 여러 번 조사하는 복수의 단계를 포함할 수 있다.
- [0042] 상기 마이크로웨이브파는 5 내지 20회 조사할 수 있고, 각각 10 내지 60초 동안 조사할 수 있다.
- [0043] 상기 복수의 단계 사이에 상기 혼합물을 섞어주는 단계를 추가로 포함할 수 있으나, 반드시 마이크로웨이브파를 조사하기 전에 혼합물을 섞어줄 필요는 없다.
- [0044] 상기 마이크로웨이브파의 조사에 의해 성게 모양의 ZnO 나노와이어를 제조하는 방법은 아래 세 가지 메커니즘을 포함한다.
- [0045] 첫 번째 메커니즘에 있어서, 도 3을 참고하면, 상기 조사된 마이크로웨이브파의 에너지에 의해 상기 혼합물에 포함된 상기 흑연 분말이 산화탄소 가스를 생성하고, 상기 산화탄소 가스에 의해 상기 용기의 내부 압력이 1 내지 5기압까지 증가될 수 있다. 바람직하게는 상기 용기의 내부 압력은 1 내지 2기압까지 증가될 수 있다.
- [0046] 이 때, 증가된 상기 내부 압력에 의해 상기 용기의 뚜껑이 열리면서 상기 내부 압력을 상압으로 감압시켜 상기 혼합물에 포함된 상기 ZnO 나노파우더로부터 랜덤하게 ZnO 핵을 생성하고, ZnO 나노와이어를 성장시킬 수 있다.
- [0047] 좀 더 상세히 설명하면, 상기 용기가 상기 내부 압력을 견디지 못할 만큼 커지게 되면, 뚜껑을 밀어올리며 상기 용기 내의 압력을 낮추게 된다. 뚜껑이 열리면서 갑자기 압력이 낮아져서, ZnO 핵생성과 동시에 성장이 일어날 수 있다. 즉 상기 용기의 뚜껑이 닫혀있을 때, 상기 용기 안에 응축되어 있던 에너지들이 뚜껑이 열리는 순간 ZnO의 폭발적인 핵생성과 동시에 성장의 구동력으로 쓰이면서 에너지가 낮아지게 된다.
- [0048] 상기 산화탄소 가스는 일산화탄소 또는 이산화탄소일 수 있다.
- [0049] 두 번째 메커니즘에 있어서, 도 4를 참고하면, 상기 조사된 마이크로웨이브파의 에너지에 의해 상기 혼합물에 포함된 상기 흑연 분말이 불꽃을 생성하고, 상기 불꽃이 상기 혼합물에 포함된 상기 ZnO 나노파우더의 일부 또

는 전부를 동적인 상태로 만들고, 상기 동적인 상태의 ZnO 나노파우더로부터 랜덤하게 ZnO 핵을 생성하고, ZnO 나노와이어를 성장시킬 수 있다.

[0050] 상기 동적인 상태는 상기 ZnO 나노파우더가 위로 튀어오르는 상태이다.

[0051] 좀 더 상세히 설명하면, 상기 흑연 분말에 순간적으로 에너지가 집중되면 그 부분에서는 불꽃이 튀게 되고, 이에 의해 ZnO 나노파우더는 상기 용기 내에서 뚜껑 쪽으로 튀어오를 가능성이 있다. 마이크로웨이브파의 고에너지의 주입으로 인해 ZnO 나노파우더가 동적인 상태, 즉 위로 튀어오른 상태에서 핵생성과 성장이 일어날 수 있다.

[0052] 세 번째 메커니즘에 있어서, 도 5를 참고하면, 상기 조사된 마이크로웨이브파의 에너지에 의해 상기 혼합물이 산화탄소 가스 및 Zn 가스를 생성하고, 상기 Zn 가스로부터 랜덤하게 ZnO 핵을 생성하고, ZnO 나노와이어를 성장시킬 수 있다.

[0053] ZnO 나노와이어의 형태가 성계와 같이 핵으로부터 전방위적으로 방사형으로 성장하는 것은 건식이 아닌 습식 제조방법에서 많이 발생하는 형태이다. 이는 상기 용기 내의 공기가 습식 방식에서의 용액(매질)의 역할을 하여 ZnO 나노파우더와 흑연 분말이 있는 상기 용기의 밑에서부터 ZnO 핵이 생성되고 성장되는 것이 아니라, 마치 수열합성(hydrothermal) 방식처럼 Zn 가스가 산소와 결합하면서 상기 용기 내의 어디에서든지 ZnO 핵생성에 필요한 임계 에너지만 넘으면 핵이 생성되고, 모든 방향으로 ZnO 나노와이어의 성장이 가능할 수 있다는 것을 의미한다.

[0055] 상기 세 가지 메커니즘이 적절하게 혼합되어 성계 모양의 ZnO 나노와이어가 제조되며, 상기 메커니즘 중 어느 하나에 의해서도 성계 모양의 ZnO 나노와이어는 제조될 수 있다.

[0057] [실시예]

[0058] 이하, 본 발명의 바람직한 실시예를 들어 설명하도록 한다. 그러나 이는 예시를 위한 것으로서 이에 의하여 본 발명의 범위가 한정되는 것은 아니다.

[0060] 실시예: 성계 모양의 ZnO 나노와이어

[0061] ZnO 나노파우더(Daejung Chemicals & Metals Co., LTD)와 80 mesh 채로 거른 팽창 흑연(expandable graphite, Hyundai Coma Industry)을 85:15 wt% 비율로 혼합한 후, 볼 밀링 장비(Daihan Scientific Co., Ltd, Medel BML-2)를 이용하여 30분 동안 섞어 혼합물을 제조하였다.

[0062] 상기 혼합물을 알루미늄 도가니에 넣고 뚜껑은 닫은 채로 마이크로오븐(Samsung, Medel MS23M4023AG)을 이용하여 2.45GHz frequency와 1,000 W 파워로 마이크로웨이브파를 조사하였다. 30초씩 10회 조사하였고, 각 1-5회차까지는 조사가 끝나면 수저(spoon)를 이용하여 상기 혼합물을 섞어주었다. 6-10회차는 뚜껑을 열어 상기 혼합물을 섞는 과정 없이 진행하였다.

[0063] 이의 결과를 도 1에 나타내었다. 도 1을 참고하면, 알루미늄 도가니의 뚜껑과 벽면에 성계 모양의 ZnO 나노와이어가 대량으로 합성된 것을 확인할 수 있었다. 뚜껑이 있는 상기 알루미늄 도가니의 안이 아닌 바깥에서도 성계 모양의 ZnO 나노와이어가 관찰이 되었는데, 이는 상기 알루미늄 도가니 내부의 강한 압력으로 인해 뚜껑이 열려 성계 모양의 ZnO 나노와이어가 상기 알루미늄 도가니 밖으로 분출되었음을 의미한다.

[0065] 비교예 1: 종래 수열합성 방식으로 제조한 ZnO 나노입자

[0066] 5mmol $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 와 10mmol ribose 을 측량하여 150ml DI water에서 30분 동안 저어주었다. 이후 10mmol NaOH 를 첨가하였다. 그 다음 수열합성용 Teflon 용기에 넣고, 90 °C에서 2시간 동안 수열합성을 진행하였다. 수열합성이 끝나고 얻어진 파우더는 DI water로 세척한 후 2시간 동안 80 °C의 진공오븐에서 건조시켰다. 건조한 파우더를 4시간 동안 박스퍼니스에서 400 °C로 열처리해준다.

[0068] 비교예 2: 상업적으로 판매되고 있는 ZnO 나노입자

[0069] 대정화금에서 99% ZnO 나노입자를 구매하여 비교예 2로 사용하였다.

[0071] [시험예]

[0073] 시험예 1: TEM 이미지 및 원소별 매핑 결과

[0074] 도 2는 실시예에 따라 제조된 성계 모양의 ZnO 나노와이어의 TEM 이미지 및 원소별 매핑 결과이다.

[0075] 도 2를 참고하면, 본원 발명의 실시예에 따라 성게 모양의 ZnO 나노와이어가 합성된 것을 다양한 배율(a~i)에서 확인할 수 있었다. 또한, 구성성분을 확인할 수 있는 원소별 매핑(j~o) 결과 ZnO 나노와이어가 제조된 것을 확인하였다.

[0077] 시험예 2: XRD 및 PL 측정 결과

[0078] 도 6은 실시예에 따라 제조된 성게 모양의 ZnO 나노와이어(ZnO NW MW)의 SEM 이미지와, 실시예, 비교예 1(ZnO NP hydrothermal) 및 비교예 2(ZnO NP commercial)의 XRD 및 PL 측정 결과이다.

[0079] 도 6을 참고하면, 합성방법의 차이로 결합의 종류가 달라져서 결정성 (XRD)과 밴드갭 (PL)이 달라지는 것을 확인할 수 있었다.

[0081] 시험예 3: SEM 측정 결과

[0082] 도 7은 실시예에 따라 제조된 성게 모양의 ZnO 나노와이어의 SEM 측정 결과이다.

[0083] 상술한 바와 같이 3차원으로 성게 모양의 ZnO 나노와이어가 제조된 것을 확인할 수 있었다.

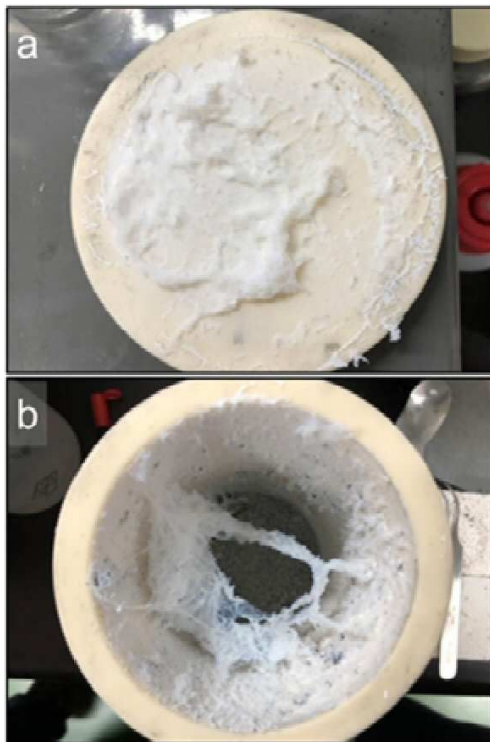
[0085] 시험예 4: 성게 모양의 ZnO 나노와이어의 조성별 분포

[0086] 도 8은 실시예에 따라 제조된 성게 모양의 ZnO 나노와이어의 조성별 분포이다.

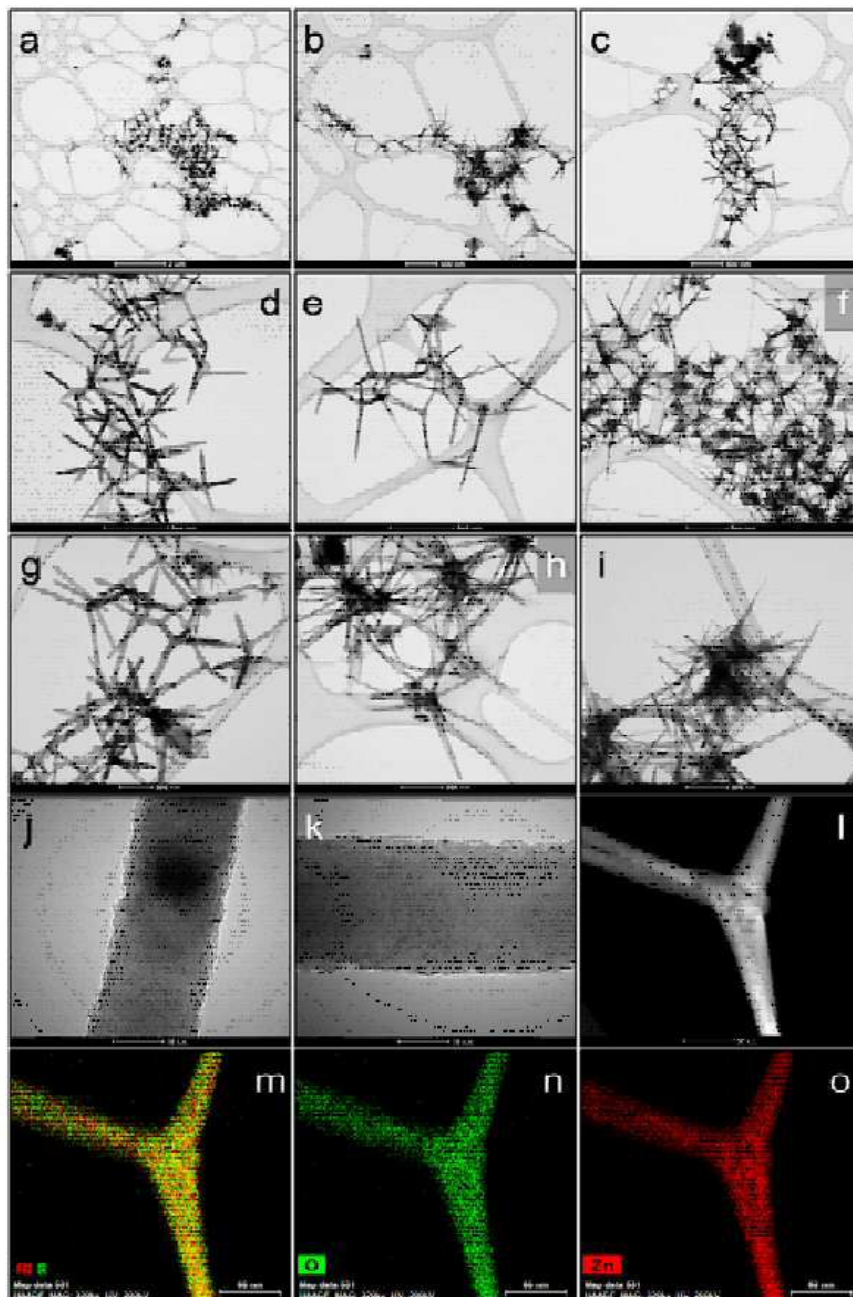
[0087] 도 8을 참고하면, 실시예에 따라 제조된 성게 모양의 ZnO 나노와이어의 조성을 확인할 수 있었다.

도면

도면1



도면2



도면3



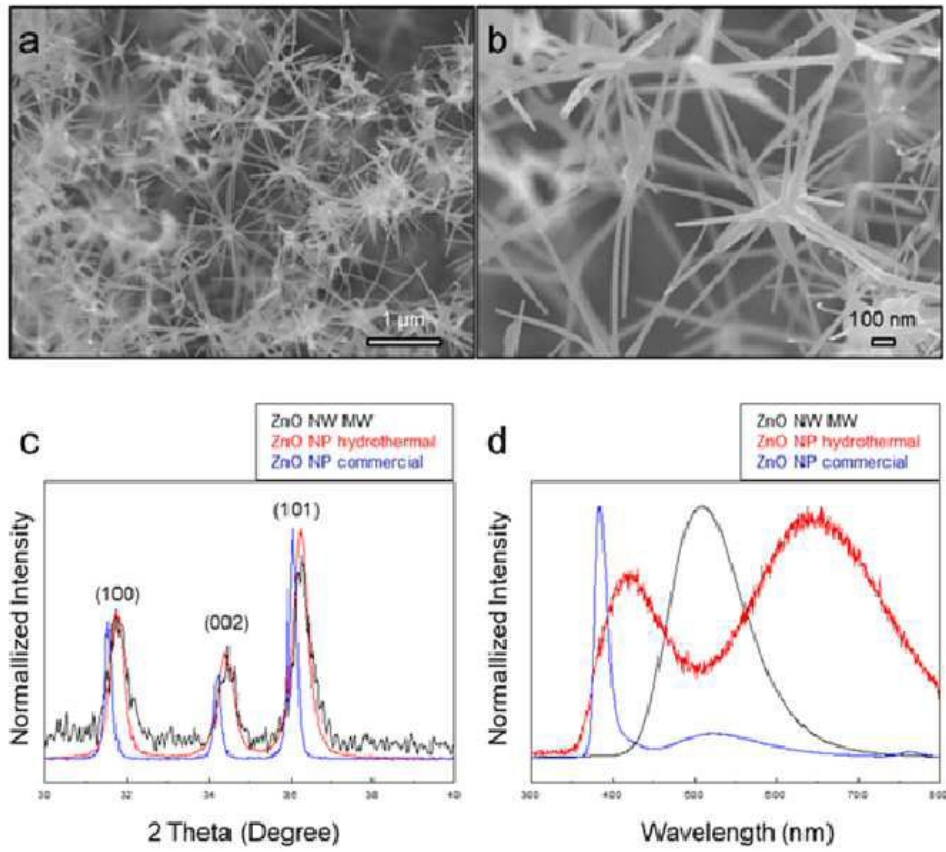
도면4



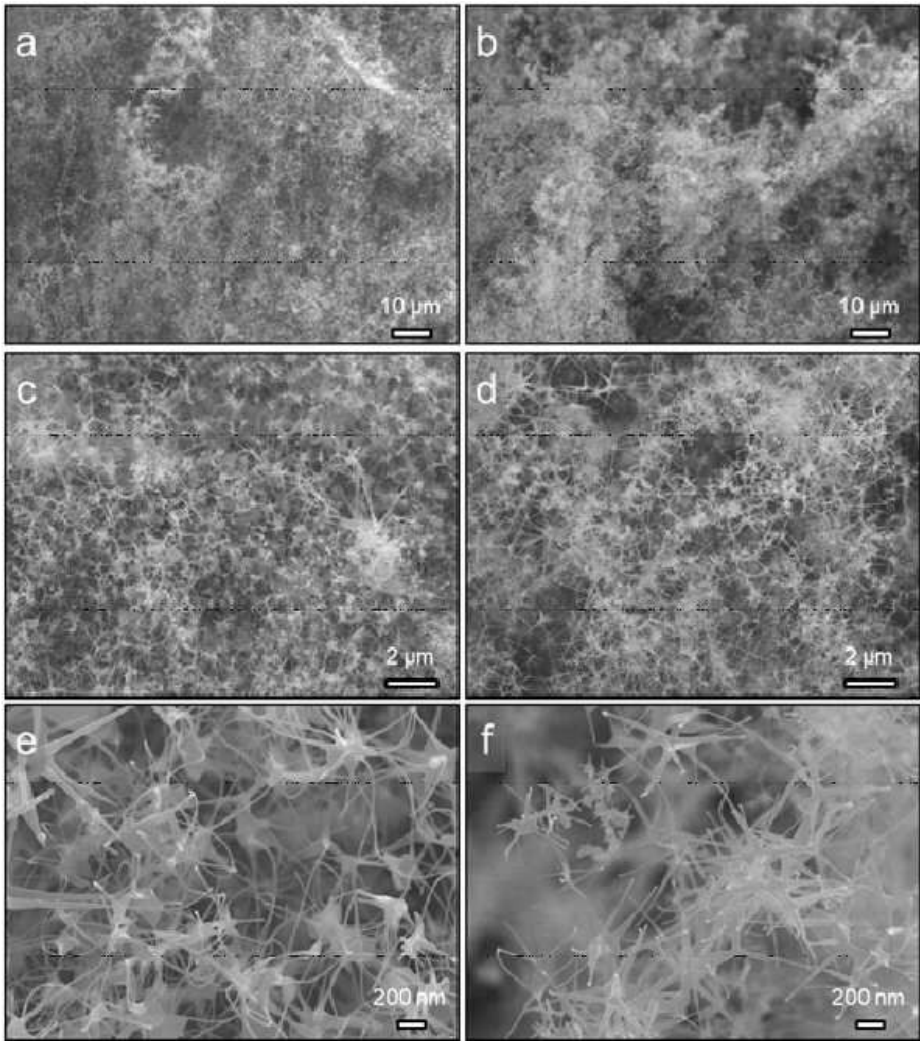
도면5



도면6



도면7



도면8

