



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2011-0059114
(43) 공개일자 2011년06월02일

(51) Int. Cl.

B82B 3/00 (2006.01) B82B 1/00 (2006.01)
C01G 23/047 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2009-0115750

(22) 출원일자 2009년11월27일

심사청구일자 없음

기술이전 희망 : 기술양도, 실시권허여, 기술지도

(71) 출원인

한국전자통신연구원

대전 유성구 가정동 161번지

(72) 발명자

김용희

대전광역시 서구 삼천동 국화아파트 101동 207호

백남섭

대전광역시 유성구 신성동 146-12번지 303호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

신영무

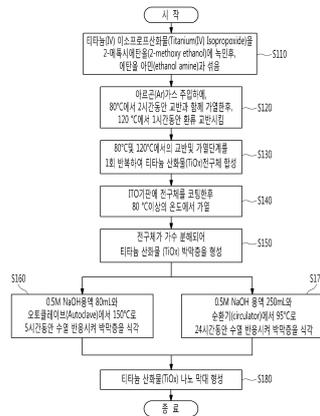
전체 청구항 수 : 총 1 항

(54) 산화티타늄 나노 구조체 제조방법

(57) 요약

본 발명은 산화티타늄 나노 구조체의 제조 방법에 대한 것으로, 이 방법은 산화티타늄 전구체를 합성하는 단계; 기관 위에 산화티타늄 전구체를 코팅하여 박막층을 형성하는 단계; 및 박막층을 식각하여 기관 위에 산화티타늄 나노 구조체를 제조하는 단계를 포함한다. 따라서, 제조 과정이 저온에서 이루어짐으로써 절연막 등 전극 제작에 필요한 물질 선정이 용이하고, 기관을 사용하여 기관 위에서 제조됨으로써 처리가 용이하며, 특히, 투명 전극 기관 위에서 제조되는 경우 태양광 전지용 투명 기관 등의 태양광 관련 기관 등에도 사용할 수 있다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

정상돈

대전광역시 유성구 어은동 한빛아파트 129-506

정명애

대전광역시 유성구 신성동 대림아파트 102-302

이지현

충청남도 논산시 연산면 관동리 455-1

이봉준

충청북도 청주시 흥덕구 성화동 남양휴튼 아파트
104-1704

특허청구의 범위

청구항 1

산화티타늄 전구체를 합성하는 단계;

기판 위에 상기 산화티타늄 전구체를 코팅하여 박막층을 형성하는 단계; 및

상기 박막층을 식각하여 상기 기판 위에 산화티타늄 나노 구조체를 제조하는 단계를 포함하는 산화티타늄 나노 구조체 제조방법.

명세서

발명의 상세한 설명

기술분야

[0001] 본 발명은 금속 산화물 나노 구조체 제조방법에 관한 것으로, 특히 산화티타늄 나노 막대의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 신경의 전기 자극과 신경 신호의 기록을 목적으로 하는 생체 내(in vivo) 또는 생체 외(in vitro) 신경 인터페이스 분야에서, 신경 전극은 그 소재가 백금, 금, 텅스텐, 이리듐과 같은 금속 선으로 제작된 제 1 세대 전극으로부터 반도체 및 다중 어레이와 같은 제 2세대 전극을 거쳐서 탄소 나노 튜브 및 전도성 고분자 등으로 표면이 개질된 제 3세대 전극으로 발전되어 왔다.

[0003] 보다 정확한 신경의 상태를 파악하기 위해서는 신경세포 단위로 신경 신호를 기록하는 것이 필수적인데, 이를 구현하기 위해서 전극의 크기가 신경세포 크기(예를 들면, 약 10 μm) 수준으로 작아지고 있다.

[0004] 이렇게 전극의 크기가 작아지면 그에 따라 신호 측정 감도도 감소되는데, 전극의 크기가 작으면서도 유효한 신호 측정 감도를 유지하기 위해서는 단위 면적 당 표면적이 커야 하며, 이를 위해서 나노 선 등을 이용한 표면 개질이 시도되고 있다.

[0005] 일반적으로 표면적이 증가하면 신호 측정 감도가 향상될 뿐만 아니라 열 잡음을 줄이는 효과도 발생한다.

[0006] 이 때문에 현재 탄소 나노 튜브 등을 이용하여 표면적을 증가시키는 방법이 시도되고 있으나 탄소 나노튜브는 여전히 인체유해성 논란이 있다는 문제점이 있다.

[0007] 따라서, 단위 면적 당 표면적을 증가시키기 위하여 전기 전도성이 우수한 산화티타늄(Titanium oxide, TiOx) 나노 막대를 이용할 필요가 있다.

[0008] 산화티타늄 나노 막대를 성장시키는 기술은 태양 광 분야 등에 활용하기 위한 목적으로 최근에 활발히 연구되고 있다.

[0009] 산화티타늄 나노 막대를 제조하는 방법으로는 나노 템플레이트(nano-template)를 기반으로 하는 방법, 수열 반응(hydrothermal reaction)을 이용하는 방법, 고온 화학 증착법(high temperature chemical vapor deposition)을 이용하는 방법 등 다양한 방법이 시도되고 있다.

[0010] 그러나 위에서 언급한 방법들은 대부분 복잡한 템플레이트 제조 공정과, 특히 150℃ 이상의 고온에서 반응이 진행될 것이 요구된다. 이 중 특히 고온의 경우는 전기적 배선으로 주로 활용되는 ITO(indium-tin oxide) 기판의 전도성을 감소시키는 결과를 초래한다.

[0011] 또한 고온은 보호 또는 절연막으로 사용되는 고분자의 선정 폭을 제한하는 단점이 있다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

[0012] 본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제는 종래 방법보다 낮은 온도에서, 투명 전극 기관 (Transparent Conducting Oxide, TCO) 위에 전기 전도성이 우수한 산화티타늄 나노 구조체를 성장시키는 방법을 제공하는 것이다.

과제 해결수단

- [0013] 상기 기술적 과제를 해결하기 위하여 본 발명의 실시예에 따른 산화티타늄 나노 구조체의 제조방법은,
- [0014] 산화티타늄 전구체를 합성하는 단계;
- [0015] 기관 위에 상기 산화티타늄 전구체를 코팅하여 박막층을 형성하는 단계; 및
- [0016] 상기 박막층을 식각하여 상기 기관 위에 산화티타늄 나노 구조체를 제조하는 단계를 포함한다.
- [0017] 실시예에 있어서, 상기 산화티타늄 전구체를 합성하는 단계는,
- [0018] 산화티타늄을 알코올에 녹인 후, 아민과 혼합하여 혼합용액을 제조하는 제1 단계;
- [0019] 상기 혼합용액을 비활성 가스 주입 하에 제1 온도에서 일정시간 교반 및 가열하는 제2 단계;
- [0020] 상기 제1 온도보다 높은 제2 온도에서 상기 혼합용액을 일정시간 교반 및 가열하는 제3 단계를 포함할 수 있다.
- [0021] 실시예에 있어서, 상기 제2 단계 및 제3 단계를 1회 반복할 수 있다.
- [0022] 실시예에 있어서, 상기 산화티타늄은 티타늄(IV) 이소프로프로산화물이고, 상기 알코올은 2-메톡시 에탄올이며, 상기 아민은 에탄올 아민일 수 있다.
- [0023] 실시예에 있어서, 상기 제2 단계는 80℃, 2시간 조건하에서,
- [0024] 상기 제3 단계는 120℃, 1시간 조건하에서 수행될 수 있다.
- [0025] 실시예에 있어서, 상기 비활성 가스는 아르곤 가스일 수 있다.
- [0026] 실시예에 있어서, 상기 산화티타늄 전구체를 합성하는 단계에서,
- [0027] 상기 산화티타늄을 알코올에 녹여 용액을 제조할 수 있다.
- [0028] 실시예에 있어서, 상기 산화티타늄은 티타늄(IV) 이소프로프로산화물이고, 상기 알코올은 부탄올일 수 있다.
- [0029] 실시예에 있어서, 상기 박막층을 형성하는 단계는,
- [0030] 상기 기관에 상기 산화티타늄 전구체를 코팅한 후, 소정 온도에서 가열하는 단계;
- [0031] 상기 산화티타늄 전구체를 가수분해하는 단계를 포함한다.
- [0032] 실시예에 있어서, 상기 온도는 80℃ ~ 150℃이다.
- [0033] 실시예에 있어서, 상기 박막층을 식각하여 산화티타늄 나노 구조체를 제조하는 단계는,
- [0034] 상기 박막층을 염기성 용액에서 수열 합성시켜 상기 염기성 용액으로 상기 박막층을 식각할 수 있다.
- [0035] 실시예에 있어서, 상기 염기성 용액은 0.5M 농도의 수산화나트륨 수용액일 수 있다.
- [0036] 실시예에 있어서, 상기 수열 합성시에, 150℃, 5시간 조건하에서 오토클레이브(autoclave)를 이용하여 수열 합성시킬 수 있다.
- [0037] 실시예에 있어서, 상기 수열 합성시에, 95℃, 24시간 조건하에서 순환기(circulator)를 이용하여 수열 합성시킬 수 있다.
- [0038] 실시예에 있어서, 상기 기관은 투명 전극 기관일 수 있다.
- [0039] 실시예에 있어서, 상기 나노 구조체는 나노 막대일 수 있다.

효과

[0040] 본 발명의 실시예에 따른 금속 나노물 구조체의 제조 방법에 의하면, 제조 과정이 저온에서 이루어지기 때문에 절연막 등 전극 제작에 필요한 물질 선정이 용이하고 신경 전극의 성능을 향상시키기 위한 전극의 표면 개질이 가능하다.

[0041] 또한, 기관을 사용하여 기관 위에서 제조됨으로써 처리가 용이하고, 특히, 투명 전극 기관 위에서 제조되는 경우 태양광 전지용 투명 기관 등의 태양광 관련 기관 등에도 사용이 가능하다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

[0042] 아래에서는 첨부한 도면을 참고로 하여 본 발명의 실시예에 대하여 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 상세히 설명한다. 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다. 그리고 도면에서 본 발명을 명확하게 설명하기 위해서 설명과 관계없는 부분은 생략하였으며, 명세서 전체를 통하여 유사한 부분에 대해서는 유사한 도면 부호를 붙였다.

[0043] 명세서 전체에서, 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함"한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다.

[0044] 본 발명의 실시예에 따라 생성되는 나노 구조체의 대표적인 예로 나노 막대를 들 수 있으나, 나노 구조체의 형태가 이에 한정되는 것은 아니다.

[0045] 본 발명의 실시예에 따른 산화티타늄 나노 구조체를 제조하기 위해 그 중간 단계로서 먼저 산화티타늄 박막층(film layer)을 형성한다. 이 산화티타늄 박막층을 형성하는 방법으로 본 발명에서는 두 가지를 예시한다.

[0046] 일 실시예로서, 산화티타늄 전구체를 합성하고, 이 전구체로부터 산화티타늄 박막층을 형성하는 방법이 있다.

[0047] 다른 실시예로서, 산화티타늄을 포함하는 용액을 제조하여 이 용액으로부터 산화티타늄 박막층을 형성하는 방법이 있다.

[0048] 먼저, 산화티타늄 전구체를 합성하여 이로부터 산화티타늄 박막층을 형성하는 일 실시예를 설명하고, 다음으로, 산화티타늄을 포함하는 용액을 제조하여 이 용액으로부터 산화티타늄 박막층을 형성하는 다른 실시예를 설명한다.

[0049] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 산화티타늄 나노 구조체의 제조 방법을 설명하는 흐름도이다.

[0050] 도 1을 참조하면, 산화티타늄 전구체를 합성하기 위하여, 우선 티타늄(IV) 이소프로판산화물(Titanium(IV) Isopropoxide)을 2-메톡시 에탄올(2-methoxy ethanol)에 녹인 후, 에탄올 아민(ethanol amine)과 섞는다(S110).

[0051] 그 후에, 아르곤(Ar) 가스를 주입하고 80℃에서 2시간 동안 교반(stirring)과 함께 가열한 후, 120℃에서 1시간 동안 환류 교반시킨다(S120).

[0052] 그 다음, 이 단계(80℃ 및 120℃에서의 교반 및 가열 단계)를 한번 더 반복하여 산화티타늄 전구체를 합성한다(S130).

[0053] 다음으로, 합성한 전구체를 기관에 코팅한 후, 80℃ 이상의 온도에서 가열한다(S140). 이 단계를 거치면, 코팅된 전구체가 가수분해 되어 산화티타늄(TiO_x) 박막층이 형성된다(S150).

[0054] 산화티타늄 박막층이 형성되면 산화티타늄 구조체를 제조하기 위하여 산화티타늄 박막층을 식각한다.

[0055] 산화티타늄 박막층을 식각하는 방법으로 본 발명에서는 두 가지를 예로 들어 설명한다.

[0056] 한 가지 방법은 형성된 산화물 박막층을 0.5M NaOH 용액 80mL와 오토 클레이브(Autoclave)에서 150℃를 유지하면서 5시간 동안 수열 반응시켜 박막층을 식각하는 것이다(S160).

[0057] 다른 방법은 형성된 산화물 박막층을 0.5M NaOH 용액 250mL와 순환기(Circulator)에서 95℃를 유지하면서 24시간 동안 수열 반응시켜 박막층을 식각하는 것이다(S170).

[0058] 형성된 산화물 박막층을 NaOH 용액과 고온에서 장시간 동안 반응(즉, 수열반응)시키는 산화티타늄 박막층의 식각 단계를 거치면, 박막층을 구성하는 산화티타늄 나노 입자들이 박막층으로부터 떨어져나가 자가 조립되어 산화티타늄 나노 구조체가 형성된다(S180).

- [0059] 도 2는 본 발명의 다른 실시예에 따른 산화티타늄 나노 구조체의 제조 방법을 설명하는 흐름도이다.
- [0060] 도 2를 참조하면, 티타늄(IV) 이소프로프산화물(Titanium(IV) Isopropoxide)을 부탄올(Butanol)에 녹여 1%의 티타늄(IV) 이소프로프산화물 용액을 제조한다(S210).
- [0061] 그 후에 제조된 1%의 티타늄(IV) 이소프로프산화물 용액을 기판에 코팅한 후, 80℃ 이상의 온도에서 가열한다(S220). 이 단계를 거치면, 코팅된 용액이 가수분해되어 산화티타늄(TiO_x) 박막층이 형성된다(S230).
- [0062] 산화티타늄 박막층이 형성되면 산화티타늄 구조체를 제조하기 위하여 산화티타늄 박막층을 식각한다.
- [0063] 산화티타늄 박막층을 식각하는 방법은 도 2에서 설명한 것과 같다.
- [0064] 즉, 형성된 산화물 박막층을 0.5M NaOH 용액 80mL와 오토 클레이브(Autoclave)에서 150℃를 유지하면서 5시간 동안 수열 반응시켜 박막층을 식각하거나(S240),
- [0065] 형성된 산화물 박막층을 0.5M NaOH 용액 250mL와 순환기(Circulator)에서 95℃를 유지하면서 24시간 동안 수열 반응시켜 박막층을 식각한다(S250).
- [0066] 형성된 산화물 박막층을 NaOH 용액과 고온에서 장시간 동안 반응(즉, 수열반응)시키는 산화티타늄 박막층의 식각 단계를 거치면, 박막층을 구성하는 산화티타늄 나노 입자들이 박막층으로부터 떨어져나가 자가 조립되어 산화티타늄 나노 구조체가 형성된다(S260).
- [0067] 본 발명의 실시예에서, 기판은 ITO 기판 또는 TCO 기판인 것이 바람직하나, 기판의 종류가 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0068] 다만, 실리콘 기판 또는 FTO기판과 같은 NaOH 용액에 약한 기판은 식각 단계에서 NaOH 용액에 의해 산화티타늄 박막층과 함께 식각될 수 있기 때문에 본 발명에서는 그 이용이 적합하지 않다.
- [0069] 위에서 설명한 산화티타늄 나노 구조체를 제조하는 두 가지 실시예 중에서, 산화티타늄 전구체를 합성하여 산화티타늄 박막층을 형성하는 실시예가 실험의 일관성의 측면에서는 더 바람직하다.
- [0070] 그럼에도 불구하고 산화티타늄 전구체를 합성하지 않고 산화티타늄을 포함하는 용액으로부터 바로 산화티타늄 박막층을 형성하는 실시예가 필요한 이유는 산화 반응 등에 의한 시약 보관상의 문제 때문이다.
- [0071] 즉, 산화티타늄 전구체를 제조하는 과정은 여러 반응 단계를 필요로 하기 때문에 그 과정에서 산화 반응 등이 일어날 수 있고, 따라서 그 중간 시약들의 적절한 보관이 어려울 수 있다.
- [0072] 본 발명의 실시예에서, 산화티타늄 나노 구조체의 제조과정에서 제시된 반응 온도는 바람직한 예시에 불과하며 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0073] 도 3a 및 도 3b는 도 1 및 도 2의 산화티타늄 나노 구조체의 제조방법에 의해 제조된 산화티타늄 나노 막대의 표면도 및 단면도이다.
- [0074] 형성된 산화티타늄 나노 막대는 FE-SEM(Field Emission Scanning Electron Microscope) 과 X선 회절법(X-Ray Diffraction)에 의해 분석된다.
- [0075] 도 3a 및 도 3b를 참조하면, 제조된 산화티타늄 나노 막대를 구성하는 산화티타늄 나노 입자들을 볼 수 있다.
- [0076] 이상에서 설명한 본 발명의 실시예는 장치 및 방법을 통해서만 구현이 되는 것은 아니며, 이러한 구현은 앞서 설명한 실시예의 기재로부터 본 발명이 속하는 기술분야의 전문가라면 쉽게 구현할 수 있는 것이다.
- [0077] 이상에서 본 발명의 실시예에 대하여 상세하게 설명하였지만 본 발명의 권리범위는 이에 한정되는 것은 아니고 다음의 청구범위에서 정의하고 있는 본 발명의 기본 개념을 이용한 당업자의 여러 변형 및 개량 형태 또한 본 발명의 권리범위에 속하는 것이다.

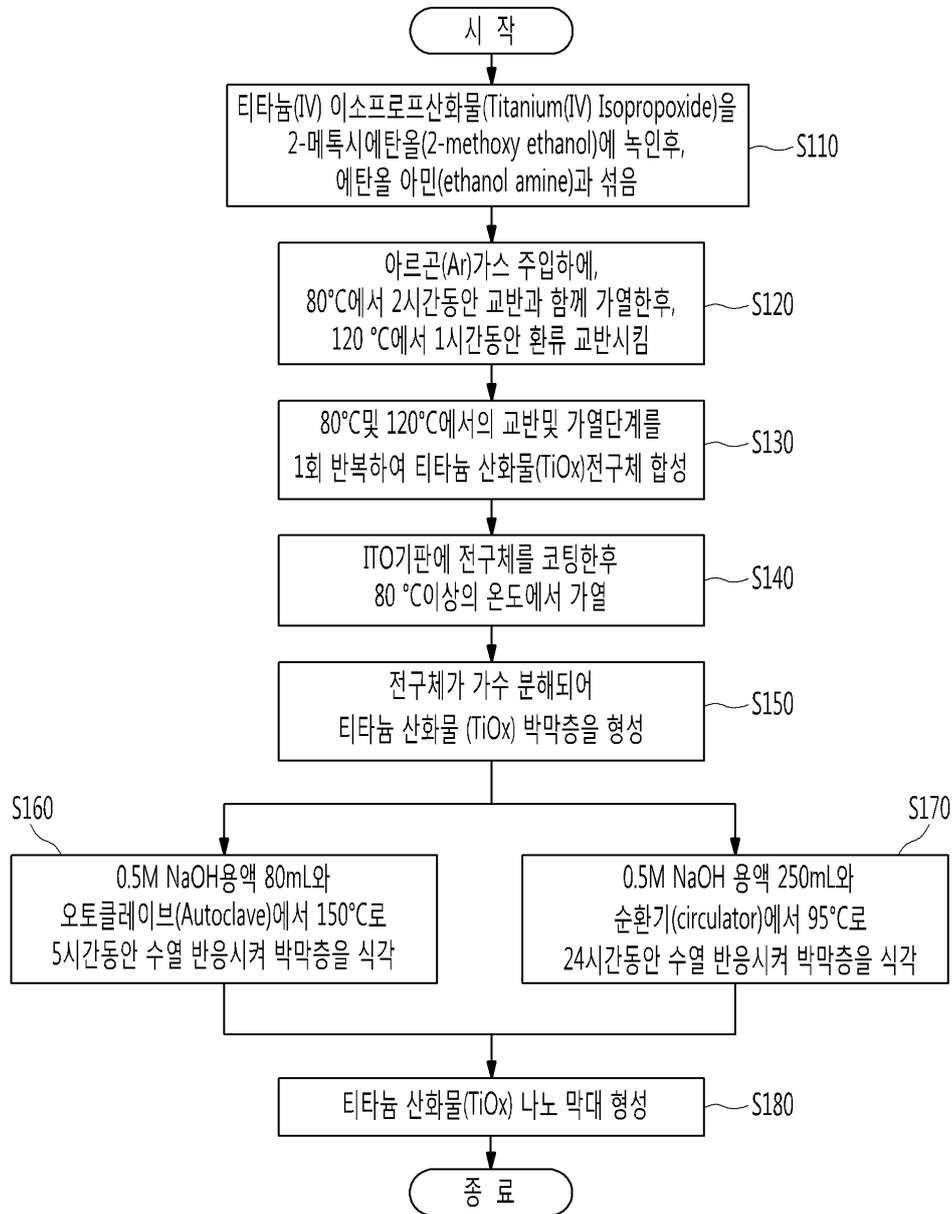
도면의 간단한 설명

- [0078] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 산화티타늄 나노 구조체의 제조방법을 설명하는 흐름도이다.
- [0079] 도 2는 본 발명의 다른 실시예에 따른 산화티타늄 나노 구조체의 제조방법을 설명하는 흐름도이다.
- [0080] 도 3a 및 도 3b는 도 1 및 도 2의 산화티타늄 나노 구조체의 제조방법에 의해 제조된 산화티타늄 나노 막대의

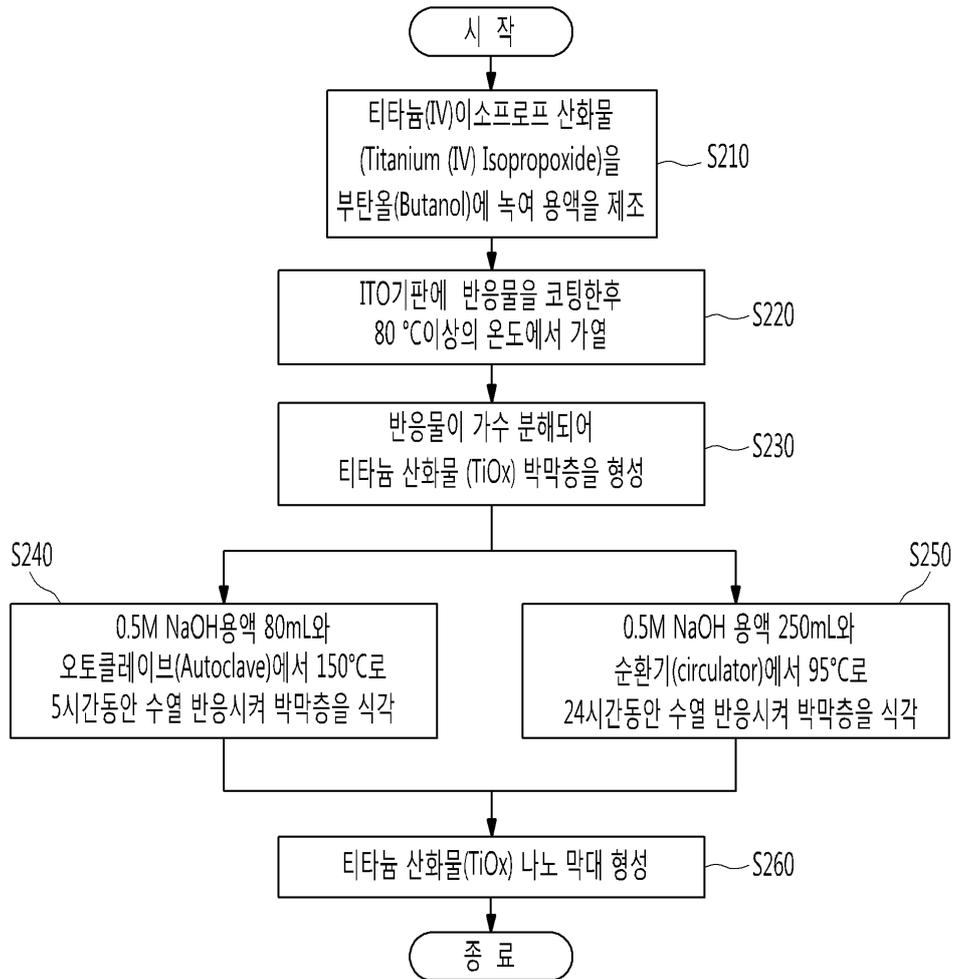
표면도 및 단면도이다.

도면

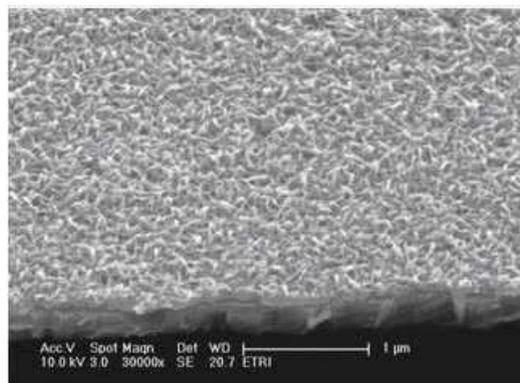
도면1



도면2



도면3a



도면3b

