

씨앗생성 및 성장과정을 통한 셀룰로오스-산화아연 나노복합재 제조

Seeding and growing process for fabrication of cellulose-ZnO hybrid nanocomposite.

*문성철¹, 고현우¹, 김기백¹, 아부하산¹, #김재환¹

*S. Mun¹, H. Ko¹, K. Kim¹, M. A. H. Khondoker¹, #J. Kim(jaehwan@inha.ac.kr)¹

¹인하대학교 기계공학과

Key words : English only and one line only, Times New Roman 9pt

1. 서론

산화아연은 넓은 밴드갭(3.37 eV)과 60 meV 의 높은 여기자결합에너지를 가지는 산화물 반도체 재료로, 적외선 및 가시광선에 대한 좋은 투과율과 높은 이동도를 가진다[1]. 우수한 반도체적 성질과 광학 특성, 현재 광학소자로 개발되는 GaN 와 유사한 결정학적 특성으로 광학분야에서 많은 주목을 받고 있다. 또한 나노구조와 모양에 따라 다양한 산화아연의 물리화학적 특성을 나타내기 때문에 광범위한 응용 연구분야에서 이뤄지고 있다. 이러한 특성을 이용하여 전기전도성이 뛰어나며 투명한 박막을 제조하여 기존의 투명전극재료인 ITO 를 대체 하고자 하는 연구가 활발히 진행되고 있다. 산화아연은 비교적 낮은 온도에서 제조가 가능하며 생산공정이 용이하여 다양한 분야에서 연구되고 있으며, 생산 단가 또한 낮아 더 많은 산업 전반에 적용 가능 할 것으로 예상된다.

최근 들어 유연한 전자 소자, 유연한 디스플레이, 유·무기물 하이브리드 구조 등에 대한 관심이 커짐에 따라 기존의 실리콘 기반 웨이퍼나 유리 등을 대신하여 기판으로써의 고분자에 대한 연구가 많이 이뤄지고 있다. 하지만 아직까지는 몇몇 특정 고분자에 관련 연구만 행해지고 있다[2]. 본 연구에서는 천연자원인 셀룰로오스 섬유질을 재생하여 제작한 셀룰로오스 필름을 이용하였다. 셀룰로오스 필름은 생분해성이 뛰어나고 친환경적이며 투명할 뿐만 아니라 유연성이

우수하다[3]. 또한 셀룰로오스 필름 표면에 수산화기가 있어 별도의 처리 없이 직접 산화아연의 제조가 가능하며, 이는 유·무기물 복합재로 사용이 용이함을 의미한다.

2. 실험 방법

셀룰로오스 필름은 목화 펄프(Buckeye, DP4500)에 DMAc, LiCl 를 이용하여 용해, 재생을 통하여 셀룰로오스 솔루션을 만들고, 닥터 블레이드 (Doctor blade)를 이용하여 필름형태로 캐스팅하였다. IPA 와 DI-water 혼합액에 넣어 고형화하였으며, 실온에서 건조하였다[3].

셀룰로오스-산화아연 복합재는 씨앗생성과 생성된 씨앗의 성장을 통하여 제조된다[4]. 씨앗유도용액은 아세트산아연($Zn(CH_3COO)_2$)을 에탄올에 용해하여 50mM 용액을 만들며, 일정량의 용액을 건조된 셀룰로오스 표면에 스핀 코터로 분사한 후 100°C 에서 3 분간 가열하여 씨앗을 생성한다. 이와 같은 공정을 10 회 반복하여 필름 전체에 충분한 씨앗을 형성시켰다. 수열합성법을 이용하여 씨앗을 성장시켰으며, 이 때 사용된 용액은 질산염($Zn(NO_3)_2$)과 HMT (hexamethylenetetramine)을 각각 DI-water 에 충분히 용해시켜 만든 50mM 의 용액을 다시 혼합하여 사용하였다. 씨앗이 도포된 셀룰로오스 필름을 혼합액에 넣고 90°C 로 가열하며 1 시간 동안 교반하여 씨앗을 성장시켰다. 산화아연이 형성된 셀룰로오스 필름을 다시 DI-water 로 세척한 후

상온에서 완전히 건조하여 제조하였다. 제조된 복합재는 X 선 회절분석법, 원자전자현미경 (AFM), 주사전자현미경(SEM)을 통하여 특성을 평가하였다.

3. 결과 및 토의

셀룰로오스-산화아연 복합재를 제조하기 위하여 먼저 필름에 씨앗생성을 시켰으며 수열합성법을 통하여 씨앗을 성장시켰다. Fig.1 은 생성된 씨앗(a)과 씨앗을 성장시킨 산화아연(b)의 분포도, 균일도 및 크기를 보여주는 AFM 이미지이다. 씨앗과 성장 후 산화아연 모두 비교적 균일하게 형성하였으며 크기는 씨앗의 경우 25nm~30nm 내외였으며, 성장 후는 40nm 로 커지는 것을 알 수 있다. 그 차이가 크지 않은 것으로 보아 성장과정 중에 셀룰로오스 표면에 생성된 씨앗의 이탈이 적었음을 알 수 있다.

SEM 단면이미지를 관찰한 결과, 셀룰로오스 표면과 산화아연 사이의 큰 이격 없이 1um 정도의 나노막대 형태로 잘 형성된 것을 확인 할 수 있었다. XRD 분석에서는 31.7°(100), 34.4°(002), 36.2°(001), 47.5°(102), 62.8°(103) 에서 여러 peak 들을 확인 할 수 있었으며 이는 산화아연 나노막대가 wurtzite 결정 구조를 가지고 있음을 보여준다.

4. 결론

본 논문에서는 간단한 화학반응을 수반한 씨앗생성공정과 성장공정만으로 셀룰로오스-산화아연 나노복합재를 제조하였다. AFM 과 SEM 의 이미지 분석을 통하여 씨앗상태와 성장 후 상태의 크기 및 특성을 파악하였으며, 산화아연 나노막대가 균일하고 조밀하게 형성된 것을 확인하였다. 또한 XRD 분석을 통하여 셀룰로오스 표면에 성장한 산화아연이 wurtzite 결정 구조를 가지는 것을 알 수 있었다. 셀룰로오스-산화아연 복합재는 셀룰로오스 필름 정도의 유연성을 가지고 있으므로 유연전자소자나 유·무기물 복합재, 유연한 디스플레이 등 다양한 분야에서도 적용이 가능할 것이다.

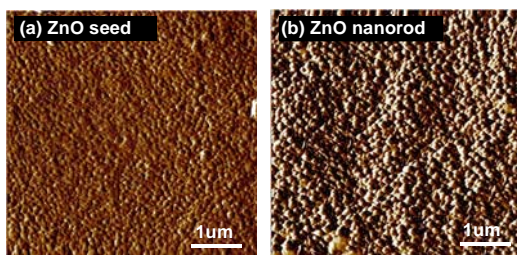


Fig. 1 AFM images of surface morphology after ZnO seeding (a) and growing (b).

후기

이 연구는 연구재단 중견연구자지원사업의 지원에 의해 수행되었습니다.

참고문헌

1. Baruah, S., Dutta, J., "Hydrothermal growth of ZnO nanostructures," *Sci. Technol. Adv. Mater.* **10**, 013001 (18pp), 2009.
2. Lee, C. Y., Lin, M. Y., Wu, W. H., Wang, J. Y. , Chou , Y., Su, W. F., Chen, Y. F. and Lin, C. F. "Flexible ZnO transparent thin-film transistors by a solution-based process at various solution concentrations," *Semicond. Sci. Technol.* **25**, 105008-105012, 2010.
3. Kim, J., and Yun, S., Ounaies, Z., "Discovery of Cellulose as A Smart Material," *Macromolecules*, **39**, 4202-4206, 2006..
4. Tokumoto, M. S., Briois, V., Santilli, C. V., Pulcinelli, S. H., Tusty, J., Smith, S., and Zamudia, C., " Preparation of ZnO Nanoparticles: Structural Study of the Molecular Precursor," *J. Sol-Gel Sci. Technol.* **26** 547.