



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년02월12일
 (11) 등록번호 10-1362124
 (24) 등록일자 2014년02월06일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 C01G 15/00 (2006.01) C01G 19/00 (2006.01)
 C01G 9/00 (2006.01) B82B 1/00 (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2013-0067515
 (22) 출원일자 2013년06월13일
 심사청구일자 2013년06월13일
 (56) 선행기술조사문헌
 KR101157460 B1*
 KR1020130052066 A*
 KR1020120063925 A
 KR1020060089615 A
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
 한밭대학교 산학협력단
 XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
 (72) 발명자
 김상헌
 XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
 (74) 대리인
 박창희, 김종관, 권오식

전체 청구항 수 : 총 14 항

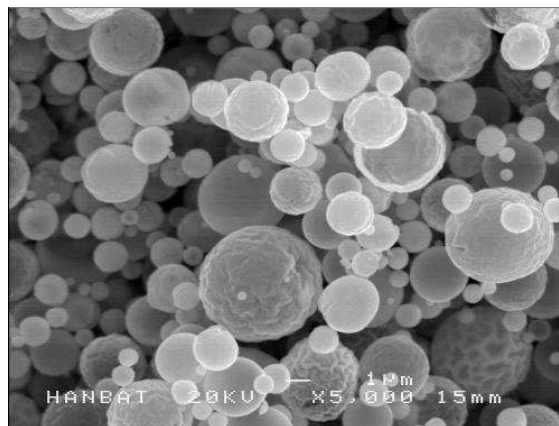
심사관 : 장기완

(54) 발명의 명칭 **분무열분해법에 의한 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법**

(57) 요약

본 발명은 마이크로 입자크기를 가진 인듐 아연 주석 산화물(Indium Zinc Tin Oxide, 이하 'IZTO' 라고 함) 분말의 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 마이크로 크기의 IZTO 분말 제조를 위하여 반응용액에 유기첨가물을 첨가하고 분무열분해법에 의해 액적으로 분무하여 중공 또는 다공성인 형태의 전구체 분말들을 제조하고, 이를 소성 및 밀링 공정을 통해 비응집성의 나노 IZTO 분말을 대량 수득하는 방법을 제공한다.

대표도 - 도2



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 00045199

부처명 중소기업청

연구사업명 산학연공동기술개발전국사업

연구과제명 IZTO를 기반으로하는 저가형 투명 전도성 소재 개발

기여율 1/1

주관기관 한밭대학교산학협력단

연구기간 2011.06.01 ~ 2013.05.31

특허청구의 범위

청구항 1

- a) 인듐, 아연 및 주석의 전구체물질과 유기화합물 첨가제를 상기 인듐, 아연 및 주석의 전구체물질의 총량 1몰에 대해 0.001 내지 2몰의 범위의 양으로 용매에 용해시켜 인듐-아연-주석 산화물(IZTO) 전구체 용액을 제조하는 단계;
- b) 상기 전구체 용액을 분무장치를 이용하여 액적을 발생시키는 단계;
- c) 상기 발생된 액적을 건조 및 소성하여 마이크로 사이즈의 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 얻는 단계; 및
- d) 상기 마이크로 사이즈의 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 2차 소성 및 밀링하여 나노 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 수득하는 단계;를 포함하는 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 용매는 증류수, 정제수, 멸균수, 탈염수, 탈이온수 중 적어도 하나를 포함하는 물(水)인 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 유기화합물 첨가제는 유기 카르복실산, 글리콜 및 다가 알콜 중에서 선택된 1종 또는 2종 이상의 혼합물인 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 유기화합물 첨가제는 유기 카르복실산 : 글리콜 또는 다가 알콜이 1 : 0.1 내지 10 중량비로 혼합된 혼합물인 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법.

청구항 5

제3항 또는 4항에 있어서,

상기 유기 카르복실산은 시트르산, 사과산, 메소 주석산, 포도산 및 메콘산 중에서 선택된 1종 또는 2종 이상의 혼합물인 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법.

청구항 6

제3항 또는 4항에 있어서,

상기 글리콜은 에틸렌글리콜, 프로필렌 글리콜, 디에틸렌 글리콜, 디프로필렌 글리콜, 폴리에틸렌 글리콜, 폴리프로필렌 글리콜, 트리에틸렌 글리콜, 테트라에틸렌 글리콜, 부탄디올-1,4-헥실렌글리콜옥실렌글리콜 중에서 선택된 1종 또는 2종 이상의 혼합물인 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법.

청구항 7

삭제

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 인듐, 아연 및 주석의 전구체물질은 인듐, 아연 및 주석의 질산염, 초산염 또는 염화물 중에서 선택되는 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 인듐 전구체물질은 인듐질산염이고, 상기 아연 전구체물질은 아연질산염이며, 상기 주석 전구체물질은 주석염화물인 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 b)단계에서 상기 전구체 용액의 분무는 200 내지 950℃에서 실시되는 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법.

청구항 11

제1항에 있어서,

상기 d)단계에서 상기 2차 소성은 500 내지 1200℃에서 실시되는 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법.

청구항 12

제1항에 있어서,

상기 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말은 주석산화물(SnO₂)을 5 ~ 40wt% 함유하며, 상기 주석산화물(SnO₂)의 함량은 하기식에 의하여 산출되는 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법.

$$SnO_2 \text{ wt}\% = \frac{SnO_2 \text{의 } g \text{ 수}}{SnO_2 \text{의 } g \text{ 수} + ZnO \text{의 } g \text{ 수} + In_2O_3 \text{의 } g \text{ 수}}$$

청구항 13

제12항에 있어서,

상기 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말은 아연산화물(ZnO)을 5 ~ 40wt% 함유하며, 상기 아연산화물(ZnO)의 함량은 하기식에 의하여 산출되는 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법.

$$ZnO \text{ wt}\% = \frac{ZnO \text{의 } g \text{ 수}}{SnO_2 \text{의 } g \text{ 수} + ZnO \text{의 } g \text{ 수} + In_2O_3 \text{의 } g \text{ 수}}$$

청구항 14

제1항 내지 제4항 및 제8항 내지 제13항 중에서 선택된 어느 한 항의 방법에 의해 제조되며,

내부에 중공을 갖으며,
 인듐 아연 주석 산화물(IZTO)의 다공성 껍질로 이루어지며,
 마이크로 단위의 크기인 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 중공형 입자.

청구항 15

제14항에 따른 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 중공형 입자를 분쇄하는 단계;를 포함하는 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 나노 분말의 제조방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 마이크로 입자크기를 가진 인듐 아연 주석 산화물(Indium Zinc Tin Oxide, 이하 ‘IZTO’ 라고 함) 분말의 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 마이크로 크기의 IZTO 분말 제조를 위하여 반응용액에 유기첨가물을 첨가하고 분무열분해법에 의해 액적으로 분무하여 중공 또는 다공성인 형태의 전구체 분말들을 제조하고, 이를 소성 및 밀링 공정을 통해 비응집성의 나노 IZTO 분말로서 수득하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 일반적으로 액정디스플레이나 태양전지의 전극 재료로써 사용되는 투명 도전성 막에는 인듐틴옥사이드(Indium Tin Oxide, ITO) 막이 사용되고 있으나, 인듐이 고가의 재료이고, 공급이 불안정하며, 인듐 함유로 인한 각종 소자의 신뢰성 저하의 문제가 있어 이를 개선하기 위해 인듐의 사용량을 줄이거나 대체할 수 있는 연구가 행해지고 있다.

[0003] 이에 산화인듐 대체 소재 중에서 넓은 밴드갭과 자외선에서 가시광 영역까지 높은 투과율을 갖는 산화아연계 산화물이 주목받게 되면서, 인듐틴옥사이드(ITO) 막을 대체할 물질로 인듐징크틴옥사이드(IZTO)에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다.

[0004] 일반적인 분무열분해 공정에 의해 합성되어지는 인듐징크틴옥사이드(IZTO) 분말들은 속이 찬 형태 혹은 두꺼운 두께를 가지는 중공 입자가 마이크로 크기로 얻어진다. 이러한 마이크로 크기의 분말은 속이 찬 형태 혹은 두꺼운 두께를 가지는 중공 입자의 밀링 공정을 거치더라도 비응집성의 나노 분말을 제공할 수 없다.

[0005] 또한 종래의 졸-겔법에 의한 인듐틴옥사이드(ITO) 분말의 제조는 7단계 이상의 공정을 거쳐야 하므로 경제성이 떨어지는 단점을 가지고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명의 목적은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위한 것으로, 분무열분해 공정에 의해 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 합성시 유기첨가물을 가하여 중공 또는 다공성인 형태의 분말을 제조하는 데 있다.

[0007] 또한, 본 발명은 상기 공정상 열처리 온도 및 시간을 조절하여 수백 나노미터 크기의 비응집성의 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 대량 합성할 수 있는 기술을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0008] 상기 목적을 달성하기 위하여 본 발명은 인듐, 아연 및 주석의 전구체물질을 물에 혼합한 용액에 유기 카르복실산, 글리콜 및 다가 알콜 중에서 선택된 1종 이상을 혼합한 유기첨가물을 용매에 용해시켜 인듐산화물, 아연산화물 및 주석산화물의 전구체 용액을 제조하고, 이를 열분무기에 의해 액적 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 얻은 다음 소성 및 밀링하는 공정을 포함하는 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법 및 이를 이용하여 제조된 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 제공한다.

[0009] 특히, 본 발명에서 분무열분해 공정에 의한 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말의 대량 합성을 위하여 전구체 용액에 유기첨가물을 첨가함으로써 유기첨가물의 분해로 인해 나오는 가스를 이용하여 분무열분해 공정에서 얻어

지는 전구체 입자들이 중공 또는 다공성인 형태를 가지도록 유도한 후 이를 일정 온도에서 2차 소성 및 밀링을 해줌으로써 결정성을 가지는 나노페이즈(nano phase) 형태의 분말을 얻고 투명전극 소재로서 적용이 가능한 비응집성 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 나노 분말들을 합성할 수 있다.

[0010] 이하 본 발명에 대하여 구체적으로 설명한다.

[0011] 본 발명에 따른 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말의 제조 방법은, a) 인듐, 아연 및 주석의 전구체물질과 유기화합물 첨가제를 용매에 용해시켜 인듐-아연-주석 산화물(IZTO) 전구체 용액을 제조하는 단계; b) 상기 전구체 용액을 분무장치를 이용하여 액적을 발생시키는 단계; c) 상기 발생된 액적을 건조 및 소성하여 마이크로 사이즈의 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 얻는 단계; 및 d) 상기 마이크로 사이즈의 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 2차 소성 및 밀링하여 나노 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 수득하는 단계;를 포함할 수 있다.

[0012] 여기서, 상기 a)단계는 IZTO 전구체 용액을 제조하는 것으로서, 상기 인듐, 아연 및 주석의 전구체물질은 인듐, 아연 및 주석의 질산염, 초산염 또는 염화물 중에서 선택될 수 있다. 구체적으로, 상기 인듐 전구체물질은 인듐 질산염이고, 상기 아연 전구체물질은 아연질산염이며, 상기 주석 전구체물질은 주석염화물일 수 있다. 더욱 구체적으로 상기 인듐 전구체물질은 인듐질산염인 $\text{In}(\text{NO}_3)_3$ 이고, 상기 아연 전구체물질은 아연질산염인 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 이며, 상기 주석 전구체물질은 주석염화물인 SnCl_2 혹은 $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 일 수 있다.

[0013] 그리고, 본 발명에서 상기 전구체 용액 중의 상기 인듐 전구체물질의 몰농도(M)는 0.02 내지 3몰농도(M) 범위인 것이 바람직하다. 상기 농도 범위가 0.02몰농도(M) 미만이면, 첨가에 따른 효과를 기대할 수 없고, 3몰농도(M) 초과이면 용액의 농도가 증가하여 액적이 원활하게 발생하지 아니한다. 이외 주석 및 아연 전구체물질의 농도는 목적하는 본 발명의 IZTO 분말의 조성 범위를 만족하도록 칭량되어 혼합될 수 있다.

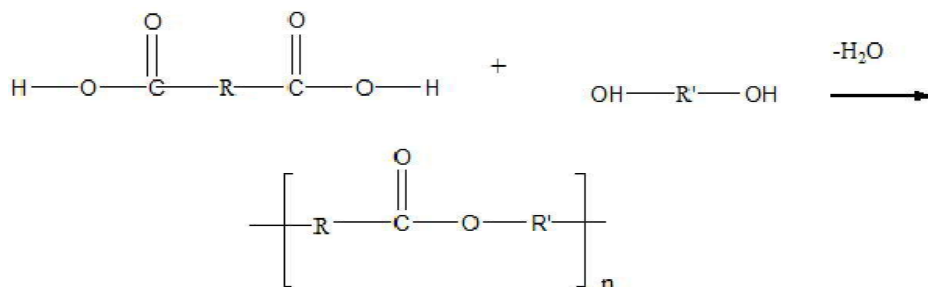
[0014] 이때 본 발명에서 열처리를 통하여 제조된 IZTO 분말은 인듐산화물(In_2O_3) 55 내지 90wt%, 아연산화물(ZnO) 5 내지 40wt% 및 주석산화물(SnO_2) 5 내지 40wt%로 이루어진다.

[0015] 한편, 본 발명의 용매는 본 발명의 실시를 위하여 첨가되는 각각의 전구체물질, 유기화합물 첨가제를 용해하는 용매이면 모두 가능하나, 구체적인 실시예로는 증류수, 정제수, 멸균수, 탈염수, 탈이온수를 포함하는 물(水)일 수 있다.

[0016] 그리고, 본 발명에 따른 상기 전구체 용액의 제조는 전구체 액적 내부에서 가스를 발생시켜 중공 또는 다공성인 형태의 마이크로 크기의 IZTO 분말 합성을 위하여 반드시 유기화합물 첨가제를 포함하는 것을 특징으로 한다. 그리고, 상기 유기화합물 첨가제는 유기 카르복실산, 글리콜 및 다가 알콜 중에서 선택된 1종이거나 또는 2종 이상을 선택하여 혼합시킨 혼합물일 수 있다.

[0017] 상기 유기화합물 첨가제가 용매(수용액)에 첨가되면, 고온에서 고분자 물질(예, 폴리에스터)을 생성시키면서 고분자 용액이 제조되는데, 이때 상기 유기화합물 첨가제가 고분자 물질인 폴리에스터를 생성시키는 반응은 하기의 반응식1과 같다. 여기서, 본 발명에서의 고분자 용액은 유기화합물 첨가제에 의하여 생성된 고분자 물질이 포함된 용매(수용액)로서, 이는 상기 전구체용액과 상이한 것이다.

[0018] 반응식1



[0019]

[0020] 즉, 상기 반응식1의 반응에 따라 용매(수용액)에 첨가된 유기화합물 첨가제가 폴리에스터로 전환되어, 상기 고분자 용액이 제조되는 것이다.

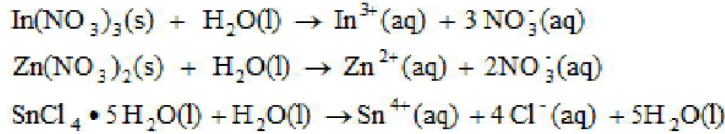
[0021] 여기서, 용매(수용액)에 함유되는 유기화합물 첨가제의 함량을 증가시킬수록 분무열분해 공정 후 더욱 얇은 껍질을 가진 중공 또는 다공성 IZTO 분말이 얻어지게 된다. 구체적으로, 상기 고분자 용액은 상기 유기화합물 첨

가제로서 혼합되는 각각의 물질의 첨가량에 따라 액적의 점도나 분자량 등에 많은 영향을 끼치게 되어, 최종 얻어지는 IZTO 분말의 형태에 중요한 변수로 작용한다.

- [0022] 더욱 구체적으로는, 이와 같이 제조된 고분자 용액은 후속 공정에서 분무장치에 의하여 상기 전구체용액이 액적으로 분무 형성될 때, 상기 액적의 표면에 고분자막의 형태로 코팅되어 상기 액적의 형성이 용이하도록 돕는다. 또한, 상기 고분자 용액은 후속 공정에서 분무열분해법에 의하여 상기 액적이 중공 또는 다공성 마이크로 크기의 IZTO 분말로 형성될 때, 상기 마이크로 크기의 IZTO 분말의 내표면 및 외표면에 고분자막의 형태로 코팅되어 더욱 얇은 두께의 중공 또는 다공성 마이크로 크기의 IZTO 분말이 형성되도록 돕는다.
- [0023] 이때, 상기 유기화합물 첨가제는 2종 이상의 혼합물이 사용되는 경우 더욱 효과적이며, 이와 같이 상기 유기화합물 첨가제로서 2종 이상의 혼합물이 사용되는 경우, 상기 유기화합물 첨가제는 유기 카르복실산 : 글리콜이 1 : 0.1 내지 10 중량비로 혼합된 혼합물이거나, 유기 카르복실산 : 다가 알콜이 1 : 0.1 내지 10 중량비로 혼합된 혼합물인 것이 바람직하다.
- [0024] 여기서, 상기 유기 카르복실산은 시트르산, 사과산, 메소 주석산, 포도산 및 메콘산 중에서 선택된 1종이거나 또는 2종 이상을 선택하여 혼합시킨 혼합물일 수 있다. 그리고, 상기 글리콜은 에틸렌글리콜, 프로필렌 글리콜, 디에틸렌 글리콜, 디프로필렌 글리콜, 폴리에틸렌 글리콜, 폴리프로필렌 글리콜, 트리에틸렌 글리콜, 테트라에틸렌 글리콜, 부탄디올-1,4-헥실렌글리콜옥실렌글리콜 중에서 선택된 1종이거나 또는 2종 이상을 선택하여 혼합시킨 혼합물일 수 있다.
- [0025] 이러한 상기 유기화합물 첨가제는 상기 인듐, 아연 및 주석의 전구체물질의 총량 1몰에 대해 0.001 내지 2몰의 범위의 양으로 첨가될 수 있다. 상기 첨가제의 농도가 0.001몰 미만이면 첨가제로서의 효과를 기대할 수 없고, 2몰 초과이면 반응기에서 열분해과정이나 소성과정에서 미분해되어 불순물로 작용할 수 있다.
- [0026] 또한, 상기 b)단계는 IZTO 전구체 액적을 발생시키는 것으로서, 상기 a)단계를 통하여 얻은 전구체 용액을 이용하여 분무열분해법에 의해 마이크로 크기의 IZTO 분말로 제조하기 위하여 분무장치를 이용하여 상기 용액을 액적으로 분무시킨다. 이와 같이 전구체용액을 액적으로 분무시키기 위한 분무장치로는 초음파 분무장치, 공기노즐 분무장치 또는 초음파노즐 분무장치를 사용할 수 있다.
- [0027] 본 발명에 따라 합성된 중공 또는 다공성 형태의 마이크로 크기의 IZTO 분말은 넓은 크기 분포를 가지더라도 미시적으로는 균일한 나노 크기의 일차 입자들로 이루어져 있기 때문에 밀링에 의한 분쇄 후에는 서로 균일한 나노 크기를 갖는다. 따라서 액적 분무 단계에서 액적의 크기나 크기 분포는 최종 IZTO 분말의 크기 형성에 큰 영향을 미치지 않는다. 단, 발생하는 액적이 0.1 내지 100 μm 직경 크기를 갖는 것이 본 발명을 효과적으로 실시하는데 유리하다.
- [0028] 또한, 상기 c)단계는 발생된 액적을 건조 및 소성하여 마이크로 크기의 IZTO 분말을 수득하기 위한 분무열분해 반응 단계로서, 상기 건조는 200 내지 950 $^{\circ}\text{C}$ 에서 실시될 수 있다.
- [0029] 상기 c)단계의 분무열분해 반응은 전술된 바와 같이 제조된 액적을 이송가스를 이용하여 반응로에 이송시켜 수행될 수도 있고, 전술된 b)단계에서의 액적의 제조 및 c)단계에서의 건조 및 소성이 동일공간에서 이루어질 수 있다. 일례로 액적의 제조는 건조 및 소성이 이루어지는 반응로 내에서 이루어질 수 있다. 이와 같이 액적의 제조 또는 건조 및 소성이 실시되는 반응로는 관형 반응기일 수 있다.
- [0030] 구체적으로, 상기 c)단계에서 실시되는 건조는 200 내지 950 $^{\circ}\text{C}$ 에서 실시될 수 있다. 이러한 건조의 실시는 전술된 공정으로 제조된 액적의 수분을 제거하고 마이크로 크기의 IZTO 분말을 합성시키기 위한 목적으로 이루어지는 것으로서, 상기 c)단계에서는 상기 건조 공정에서는 고온의 열에 의하여 소성이 동시에 이루어질 수 있다. 그러나, 이때 이루어지는 건조 및 소성을 통하여는 액적이 고체화되지만 결정성장이 완성된 것은 아니며, c)단계에서 건조 및 소성을 거친 상기 마이크로 크기의 IZTO 분말은 여전히 비정질 상태이다.
- [0031] 여기서, 본 발명에서 사용되는 이송가스는 산소를 함유하며, 일례로, 산소, 공기 또는 산소를 함유하는 불활성 기체를 사용할 수 있고, 이와 같은 이송가스의 유속으로 액적이 관형 반응기 내에서 반응을 일으키는 시간을 조절한다. 이때 20 내지 40 L/min의 공기 유량속도로 시간을 조절하는 것이 바람직하다.
- [0032] c)단계에서의 마이크로 크기의 IZTO 분말의 생성에 대하여 구체적으로 설명하면, 전술된 b)단계에서 생성된 상기 고분자막으로 코팅된 액적은 IZTO 분말로 고체화될 때, 액적에 포함된 전구체 물질의 음이온 및 고분자 물질(즉, 폴리에스터)이 열분해되면서 기체(gas)가 형성되고, 이러한 기체(gas)가 액적 내부에서 방출되면서 중공 또는 다공성 상기 마이크로 크기의 IZTO 분말이 생성된다.

[0033] 여기서, 상기 기체를 형성시키는 전구체 물질의 음이온은 전술된 a)단계에서 하기 반응식2와 같이, 전구체 용액에서의 전구체 물질의 용해 반응 시 전구체 물질이 이온화되어 생성된 것이다. 하기 반응식2는 전구체 물질을 인듐질산염 $\text{In}(\text{NO}_3)_3$, 아연질산염 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 및 주석염화물 $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 을 실시예로 하였을 때의 반응식이며, 본 발명의 범위를 제한하는 것은 아니다.

[0034] 반응식2



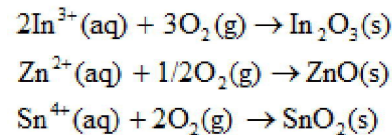
[0035]

[0036] 그리고, 상기 기체를 형성시키는 고분자 물질(즉, 폴리에스터)은 전술된 상기 반응식1과 같이, 본 발명의 유기 화합물 첨가제가 수용액에 첨가되어 생성된 것이다.

[0037] 이어 b)단계에서는 상기 전구체 용액이 액적으로 형성되며, 후속공정인 c)단계에서는 금속산화물을 형성하는 반응과 열분해에 의해 가스(gas)가 형성되는 반응이 이루어진다.

[0038] 여기서, 상기 금속산화물을 형성하는 반응은 전술된 a)단계에서 상기 반응식2에 의하여 생성된 전구체 물질의 양이온이 하기 반응식3과 같이 산화되어 금속산화물을 얻는 것이다. 하기 반응식3은 전구체 물질을 인듐질산염 $\text{In}(\text{NO}_3)_3$, 아연질산염 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 및 주석염화물 $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 을 실시예로 하였을 때의 반응식이며, 본 발명의 범위를 제한하는 것은 아니다.

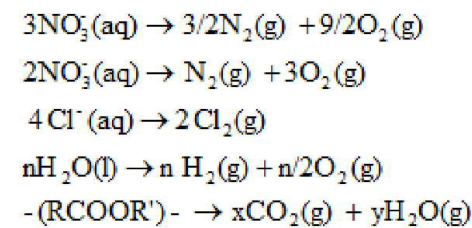
[0039] 반응식3



[0040]

[0041] 그리고, 상기 열분해에 의해 가스(gas)가 형성되는 반응은 상기 전구체 물질의 음이온과 상기 고분자 물질(즉, 폴리에스터)이 하기 반응식4와 같이 열분해되어 가스(gas)가 형성되는 것이다. 하기 반응식4는 전구체 물질을 인듐질산염 $\text{In}(\text{NO}_3)_3$, 아연질산염 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 및 주석염화물 $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 을 실시예로 하였을 때의 반응식이며, 본 발명의 범위를 제한하는 것은 아니다.

[0042] 반응식4



[0043]

[0044] 전술된 바와 같이, 액적이 마이크로 크기의 IZTO 분말로 교체화될 때 상기에서 생성된 가스(gas)인 질소(N_2), 산소(O_2), 염소(Cl_2), 수소(H_2), 이산화탄소(CO_2) 및 수증기(H_2O) 등이 액적 내부에서 방출되어 상기 마이크로 크기의 IZTO 분말이 중공 또는 다공성을 갖게 하는 것이다.

[0045] 이어서, 상기 d)단계에서는 전술된 공정에 따라 제조된 상기 마이크로 크기의 IZTO 분말을 2차 소성하고, 이를 밀링하여 나노 IZTO 분말을 수득하는 단계로서, 상기 2차 소성은 500 내지 1200℃에서 실시될 수 있다. 그리고, 상기 d)단계의 2차 소성은 상기 c)단계의 반응로에서 실시될 수도 있고, 별도의 반응로로 상기 마이크로 크기의 IZTO 분말을 이송시켜 실시될 수도 있다.

[0046] 이때 전술된 분무열분해 공정에 의해 얻어진 중공 또는 다공성 형태의 마이크로 크기의 IZTO 분말을 2차 소성을 생략하고 바로 밀링 공정을 통해 나노 분말화 할 수도 있다. 이와 같은 2차 소성 공정의 생략은 상기 c)단계를

통하여 얻어진 마이크로 크기의 IZTO 분말이 충분히 건조되었다고 판단되는 경우에 해당되며, 충분히 건조되지 않은 마이크로 크기의 IZTO 분말을 바로 밀링하게 되면, 제조된 나노 IZTO 분말의 나노 단위의 수득률이 낮을 뿐만 아니라 고르지 않은 형태의 나노 IZTO 분말이 얻어질 수 있다.

[0047] 따라서, 상기 c) 단계를 통하여 얻어진 마이크로 크기의 IZTO 분말은 2차 소성하여 나노페이즈(nano phase)화 한 다음 이를 밀링 공정을 수행하는 것이 바람직하다. 이때 2차 소성은 500 내지 1200℃ 범위에서 10 시간 이내의 시간 동안 실시될 수 있다. 이와 같은 2차 소성을 통하여 마이크로 크기의 IZTO 분말은 나노페이즈화 되어 결정성을 갖으면서 IZTO 입자 물질로 전환된다.

[0048] 이어, 나노페이즈화 된 IZTO 입자 물질은 밀링 공정을 통해 균일한 나노 크기로 분쇄된다. 상기 밀링 공정은 통상의 밀링 수단, 예를 들면 볼밀을 사용하여 수행할 수 있으며, 10 분 내지 100 시간 범위의 시간 동안 수행하는 것이 적합하다.

[0049] 전술된 바와 같이 제조된 본 발명의 나노 IZTO 분말은 주석산화물(SnO₂) 5 내지 40wt%를 함유하는 것을 특징으로 한다. 이때, 상기 주석산화물(SnO₂)의 함량은 하기의 식으로 나타낼 수 있다.

$$[0050] \quad SnO_2 \text{ wt\%} = \frac{SnO_2 \text{의 } g \text{ 수}}{SnO_2 \text{의 } g \text{ 수} + ZnO \text{의 } g \text{ 수} + In_2O_3 \text{의 } g \text{ 수}}$$

[0051] 그리고, 본 발명의 나노 IZTO 분말은 아연산화물(ZnO) 5 내지 40wt%를 함유하는 것을 특징으로 한다. 이때, 상기 아연산화물(ZnO)의 함량은 하기의 식으로 나타낼 수 있다.

$$[0052] \quad ZnO \text{ wt\%} = \frac{ZnO \text{의 } g \text{ 수}}{SnO_2 \text{의 } g \text{ 수} + ZnO \text{의 } g \text{ 수} + In_2O_3 \text{의 } g \text{ 수}}$$

[0053] 그리고, 본 발명에 따라 제조된 나노 IZTO 분말 중 상기와 같이 함유된 주석산화물 및 아연산화물의 함량을 제외한 나머지 부분은 인듐산화물(In₂O₃)로 이루어진다. 이에 따라 본 발명에 따라 제조된 나노 IZTO 분말은 인듐산화물 55 내지 90wt%, 주석산화물 5 내지 40wt% 및 아연산화물 5 내지 40wt%로 이루어질 수 있다.

[0054] 상기된 본 발명의 제조 방법에 따라 중공 또는 다공성 형태인 IZTO 분말을 제조할 수도 있다. 이러한 중공 또는 다공성 형태의 IZTO 분말은 상기 2차 소성이 실시되기 전에 제조되는 것이며, 이때 제조된 IZTO 분말은 마이크로 크기를 갖는 것이 특징이다.

[0055] 또한, 본 발명의 제조 방법에 따라 상기 중공 또는 다공성 형태의 마이크로 크기의 IZTO 분말을 2차 소성하고 밀링을 실시하여 비응집성 나노 IZTO 분말을 제조할 수 있으며, 이와 같이 제조된 나노 IZTO 분말은 고효율의 투명전극 소재로서 바로 적용시킬 수 있다.

발명의 효과

[0056] 본 발명의 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법에 따르면, 분무열분해 공정에 의해 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 합성시 유기첨가물을 가하여 중공 또는 다공성인 형태의 아연 주석 산화물(IZTO) 전구체 분말을 제조할 수 있다.

[0057] 그리고, 본 발명의 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법에 따르면, 상기 공정 조건을 적절히 조절하여 수 나노미터에서 수백 나노미터 크기의 비응집성의 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 대량 합성할 수 있다.

[0058] 게다가, 본 발명의 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말 제조 방법에 따라 합성된 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말은 종래 보다 전도도 및 표면저항 면에서 매우 개선되어 고효율의 투명전극 소재로서 적용이 가능할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0059] 도 1은 실시예 1에 따른 900 ℃ 의 열분해 관형 반응기에서 열분해 후 2차 소성 전 SnO₂ 10wt% 및 ZnO 5wt%를 함유한 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진을 나타낸 것이다. (전구체물질의 총량 : EG : CA = 1mol : 0.02mol : 0.02mol의 첨가비)

도 2는 실시예 1에 따른 900 ℃ 의 열분해 관형 반응기에서 열분해 후 2차 소성 후 SnO₂ 10wt% 및 ZnO 5wt%를

함유한 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진을 나타낸 것이다. (전구체물질의 총량 : EG : CA = 1mol : 0.02mol : 0.02mol의 첨가비)

도 3은 실시예 1에 따른 900 °C 의 열분해 관형 반응기에서 열분해 후 2차 소성 및 볼밀링을 실시한 후 SnO₂ 10wt% 및 ZnO 5wt%를 함유한 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 나노 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진을 나타낸 것이다. (전구체물질의 총량 : EG : CA = 1mol : 0.02mol : 0.02mol의 첨가비)

도 4는 실시예 1에 따른 900 °C 의 열분해 관형 반응기에서 열분해 후 2차 소성 및 볼밀링을 실시한 후 SnO₂ 10wt% 및 ZnO 5wt%를 함유한 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 나노 분말의 XRD 분석 결과를 나타낸 것이다. (전구체물질의 총량 : EG : CA = 1mol : 0.02mol : 0.02mol의 첨가비)

도 5는 실시예 2에 따른 900 °C 의 열분해 관형 반응기에서 열분해 후 2차 소성 전 SnO₂ 10wt% 및 ZnO 10wt%를 함유한 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진을 나타낸 것이다. (전구체물질의 총량 : EG : CA = 1mol : 0.02mol : 0.02mol의 첨가비)

도 6은 실시예 2에 따른 900 °C 의 열분해 관형 반응기에서 열분해 후 2차 소성 후 SnO₂ 10wt% 및 ZnO 10wt%를 함유한 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진을 나타낸 것이다. (전구체물질의 총량 : EG : CA = 1mol : 0.02mol : 0.02mol의 첨가비)

도 7은 실시예 2에 따른 900 °C 의 열분해 관형 반응기에서 열분해 후 2차 소성 및 볼밀링을 실시한 후 SnO₂ 10wt% 및 ZnO 10wt%를 함유한 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 나노 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진을 나타낸 것이다. (전구체물질의 총량 : EG : CA = 1mol : 0.02mol : 0.02mol의 첨가비)

도 8은 실시예 2에 따른 900 °C 의 열분해 관형 반응기에서 열분해 후 2차 소성 및 볼밀링을 실시한 후 SnO₂ 10wt% 및 ZnO 10wt%를 함유한 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 나노 분말의 XRD 분석 결과를 나타낸 것이다. (전구체물질의 총량 : EG : CA = 1mol : 0.02mol : 0.02mol의 첨가비)

도 9는 실시예 3에 따른 900 °C 의 열분해 관형 반응기에서 열분해 후 2차 소성 전 SnO₂ 15wt% 및 ZnO 5wt%를 함유한 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진을 나타낸 것이다. (전구체물질의 총량 : EG : CA = 1mol : 0.02mol : 0.02mol의 첨가비)

도 10은 실시예 3에 따른 900 °C 의 열분해 관형 반응기에서 열분해 후 2차 소성 후 SnO₂ 15wt% 및 ZnO 5wt%를 함유한 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진을 나타낸 것이다. (전구체물질의 총량 : EG : CA = 1mol : 0.02mol : 0.02mol의 첨가비)

도 11은 실시예 3에 따른 900 °C 의 열분해 관형 반응기에서 열분해 후 2차 소성 및 볼밀링을 실시한 후 SnO₂ 15wt% 및 ZnO 5wt%를 함유한 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 나노 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진을 나타낸 것이다. (전구체물질의 총량 : EG : CA = 1mol : 0.02mol : 0.02mol의 첨가비)

도 12는 실시예 3에 따른 900 °C 의 열분해 관형 반응기에서 열분해 후 2차 소성 및 볼밀링을 실시한 후 SnO₂ 15wt% 및 ZnO 5wt%를 함유한 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 나노 분말의 XRD 분석 결과를 나타낸 것이다. (전구체물질의 총량 : EG : CA = 1mol : 0.02mol : 0.02mol의 첨가비)

도 13은 비교예 1에 따른 900 °C 의 열분해 관형 반응기에서 열분해 후 2차 소성 전 SnO₂ 10wt% 및 ZnO 5wt%를 함유한 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진을 나타낸 것이다. (전구체물질의 총량 : EG : CA = 1mol : 0mol : 0mol의 첨가비)

도 14는 비교예 1에 따른 900 °C 의 열분해 관형 반응기에서 열분해 후 2차 소성 및 볼밀링을 실시한 후 SnO₂ 10wt% 및 ZnO 5wt%를 함유한 인듐 아연 주석 산화물(IZTO) 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진을 나타낸 것이다. (전구체물질의 총량 : EG : CA = 1mol : 0mol : 0mol의 첨가비)

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

이하, 본 발명을 다음의 실시예에 의거하여 보다 구체적으로 설명하는 바, 이들 실시예는 오로지 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위한 것으로, 본 발명의 요지에 따라 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 한정되지

[0060]

않는다는 것은 당 업계에 서 통상의 지식을 가진 자에게서 자명할 것이다.

[0061] (실시예 1)

[0062] 전구체물질 총량:EG:CA = 1mol:0.02mol:0.02mol의 비로 에틸렌글리콜(EG)과 시트르산(CA)을 첨가하여 SnO₂ 10wt% 및 ZnO 5wt%를 함유한 나노 IZTO 분말의 제조

[0063] (여기서, 전구체물질 총량은 인듐 전구체물질, 주석 전구체물질 및 아연 전구체물질의 총합을 몰량으로 계산한 것이다. 이에 따라 본 실시예 1 내지 실시예 3에서의 전구체물질 총량은 인듐 질산염, 염화주석(II) 및 아연 질산염의 총량을 의미한다.)

[0064] a) 인듐 질산염(In(NO₃)₃)과 증류수를 합하여 0.5 M(농도)의 인듐 질산염 용액 250mL를 만들고 염화 주석(II) (SnCl₂) 2.09g, 아연 질산염 육수화물(Zn(NO₃)₂·6H₂O) 2.98g, 에틸렌글리콜 1.24g, 시트르산 3.84g을 첨가해 IZTO 전구체 용액을 제조하였다. b) 이렇게 준비된 전구체 용액들을 초음파 분무장치를 이용하여 마이크로 크기의 액적으로 발생시켰으며, c) 반응로에서 건조와 열분해시켜 SnO₂의 중량 %가 10, ZnO의 중량 %가 5인 IZTO 분말을 얻었다. 이때, 반응기의 온도는 900℃로 유지하였으며 운반기체로 사용된 압축공기의 유량은 20 L/min로 흘려주었다. 상기 초음파 분무 장치는 액적을 대량으로 발생시킬 수 있는 장치로서, 1.7 MHz의 주파수를 가지는 진동자를 직렬로 6개 연결하여 사용하였다. 이 장치는 분당 2L의 용액을 분무시키는 용량을 이용하였다. d) 상기 분무 열분해법에 의해 얻어진 IZTO 분말들은 공기분위기의 소성로에서 700~1200 °C 범위에서 50 °C 간격으로 변화시키면서 10 시간씩 열처리하였다. 이렇게 하여 얻어진 소성 후의 마이크로 크기의 IZTO 분말들을 밀링 공정을 통해 나노 분말화 하였다. 볼밀링 공정을 통해 밀링 시간을 1시간에서 20 시간까지 변화시키면서 얻어지는 나노 IZTO 분말의 전자현미경 사진을 분석하였다.

[0065] 도 1은 실시예 1에 따른 IZTO 분말에 있어서, 열분해 후 2차 소성 전 상태의 IZTO 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 도 1을 참조하면, 본 발명의 실시예 1에 따른 2차 소성 전의 IZTO 분말은 구형의 마이크로 크기 입자를 갖는 것을 볼 수 있다. 그리고, 이와 같은 2차 소성 전의 IZTO 분말은 외관상 표면이 매끄럽게 관찰되며, 아직 결정화가 이루어지지 않은 상태이다.

[0066] 도 2는 실시예 1에 따른 IZTO 분말에 있어서, 열분해 및 2차 소성 후 상태의 IZTO 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 도 2를 참조하면, 본 발명의 실시예 1에 따른 2차 소성 후의 IZTO 분말은 전술된 2차 소성 전의 IZTO 분말의 상태(도 1)와 마찬가지로 구형의 마이크로 크기 입자를 갖는 것을 볼 수 있다. 그러나, 이와 같은 2차 소성 후의 IZTO 분말은 2차 소성 전의 IZTO 분말 보다 외관상 표면이 다소 거칠게 관찰되며, 이는 2차 소성에 의하여 결정화가 이루어지면서 IZTO 분말의 표면상태가 변화된 것이다.

[0067] 도 3은 실시예 1에 따른 IZTO 분말에 있어서, 열분해 한 후 2차 소성 및 볼밀링을 거친 상태의 IZTO 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 도 3을 참조하면, 본 발명의 실시예 1에 따른 2차 소성 및 습식 볼밀링을 거친 IZTO 분말은 2차 소성 전(도 1)과 2차 소성 후(도 2)의 IZTO 분말 사진에서 관찰되었던 구형의 형상은 관찰되지 않으며, 비움집성의 나노 단위의 IZTO 분말들이 얻어졌음을 확인할 수 있다.

[0068] 도 4는 실시예 1에 따른 IZTO 분말에 있어서, 열분해 한 후 2차 소성 및 볼밀링을 실시한 후에 얻어진 나노 IZTO 분말의 XRD 분석 결과를 나타낸 것이다. 도 4를 참조하면, 본 발명의 실시예 1로 제조된 나노 분말이 IZTO 물질임을 확인할 수 있다.

[0069] (실시예 2)

[0070] 전구체물질 총량:EG:CA = 1mol:0.02mol:0.02mol의 비로 에틸렌글리콜(EG)과 시트르산(CA)을 첨가하여 SnO₂ 10wt% 및 ZnO 10wt%를 함유한 나노 IZTO 분말의 제조

[0071] 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 IZTO 분말을 제조하되, 전구체 용액 제조에 있어서 인듐 질산염(In(NO₃)₃)과 증류수를 합하여 0.5 M(농도)의 인듐 질산염 용액 250mL를 만들고 염화 주석(II) (SnCl₂) 6.32g, 아연 질산염 육수화물(Zn(NO₃)₂·6H₂O) 2.22g, 에틸렌글리콜 1.24g, 시트르산 3.84g을 첨가해 IZTO 전구체 용액을 제조하였다.

그리고, 반응기의 온도를 900℃로 유지하고 분무열분해 공정에 의해 얻어진 IZTO 분말들을 700℃에서 7시간 동안 소성하고 24 시간동안 밀링 공정을 거쳤다.

[0072] 도 5는 실시예 2에 따른 IZTO 분말에 있어서, 열분해 후 2차 소성 전 상태의 IZTO 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 도 5를 참조하면, 본 발명의 실시예 2에 따른 2차 소성 전의 IZTO 분말은 전술된 실시예 1에 따른 2차 소성 전의 IZTO 분말(도 1)과 유사한 형태의 마이크로 입자가 형성되었음을 확인할 수 있다.

[0073] 도 6은 실시예 2에 따른 IZTO 분말에 있어서, 열분해 및 2차 소성 후 상태의 IZTO 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 도 6을 참조하면, 본 발명의 실시예 2에 따른 2차 소성 후의 IZTO 분말은 상기 실시예 2에 따른 2차 소성 전의 IZTO 분말의 상태(도 5)와 마찬가지로 구형의 마이크로 크기 입자를 갖되, 전술된 실시예 1에 따른 2차 소성 후의 IZTO 분말(도 2)와 마찬가지로 거친 표면을 확인할 수 있다. 구체적으로 도 6의 실시예 2에 따른 2차 소성 후의 IZTO 분말은 2차 소성 실시예 의하여 에틸렌글리콜 및 시트르산 등의 유기첨가물이 제거되어 구형의 형태가 일그러지면서 중공 또는 다공성을 갖도록 변형되었음을 확인할 수 있다.

[0074] 도 7은 실시예 2에 따른 IZTO 분말에 있어서, 열분해 한 후 2차 소성 및 볼밀링을 거친 상태의 IZTO 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 도 7을 참조하면, 본 발명의 실시예 2에 따른 2차 소성 및 습식 볼밀링을 거친 IZTO 분말은 전술된 실시예 1에 따른 IZTO 분말(도 3)과 마찬가지로, 비응집성의 나노 단위의 IZTO 분말들이 얻어졌음을 확인할 수 있다.

[0075] 도 8은 실시예 2에 따른 IZTO 분말에 있어서, 열분해 한 후 2차 소성 및 볼밀링을 실시한 후에 얻어진 나노 IZTO 분말의 XRD 분석 결과를 나타낸 것이다. 도 8을 참조하면, 본 발명의 실시예 2로 제조된 나노 분말이 IZTO 물질임을 확인할 수 있다.

[0076] (실시예 3)

[0077] 전구체물질 총량:EG:CA = 1mol:0.02mol:0.02mol의 비로 에틸렌글리콜(EG)과 시트르산(CA)을 첨가하여 SnO₂ 15wt% 및 ZnO 5wt%를 함유한 나노 IZTO 분말의 제조

[0078] 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 IZTO 분말을 제조하되, 전구체 용액 제조에 있어서 인듐 질산염(In(NO₃)₃)과 증류수를 합하여 0.5 M(농도)의 인듐 질산염 용액 250mL를 만들고 염화 주석(II) (SnCl₂) 3.16g, 아연 질산염 육수화물(Zn(NO₃)₂·6H₂O) 3.33g, 에틸렌글리콜 1.24g, 시트르산 3.84g을 첨가해 IZTO 전구체 용액을 제조하였다. 그리고, 반응기의 온도를 900℃로 유지하고 분무열분해 공정에 의해 얻어진 IZTO 분말들을 700℃에서 7시간 동안 소성하고 24 시간동안 밀링 공정을 거쳤다.

[0079] 도 9는 실시예 3에 따른 IZTO 분말에 있어서, 열분해 후 2차 소성 전 상태의 IZTO 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 도 9를 참조하면, 본 발명의 실시예 3에 따른 2차 소성 전의 IZTO 분말은 전술된 실시예 1(도 1) 및 실시예 2(도 5)에서와 유사한 형태의 마이크로 입자가 형성되었음을 확인할 수 있다.

[0080] 도 10은 실시예 3에 따른 IZTO 분말에 있어서, 열분해 및 2차 소성 후 상태의 IZTO 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 도 10을 참조하면, 본 발명의 실시예 3에 따른 2차 소성 후의 IZTO 분말은 상기 실시예 3에 따른 2차 소성 전의 IZTO 분말의 상태(도 9)와 마찬가지로 구형의 마이크로 크기 입자를 갖되, 전술된 실시예 1(도 2) 및 실시예 2(도 6)에서와 마찬가지로 거친 표면을 확인할 수 있다. 구체적으로 도 10의 실시예 3에 따른 2차 소성 후의 IZTO 분말은 2차 소성 실시예 의하여 에틸렌글리콜 및 시트르산 등의 유기첨가물이 제거되어 얇은 껍질을 갖는 구형 모양을 나타내면서 표면이 일그러지고 깨진 모습을 볼 수 있다. 이는 실시예 2(도 6)와 매우 유사한 형태를 나타내는 것이다.

[0081] 도 11은 실시예 3에 따른 IZTO 분말에 있어서, 열분해 한 후 2차 소성 및 볼밀링을 거친 상태의 IZTO 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 도 11을 참조하면, 본 발명의 실시예 3에 따른 2차 소성 및 습식 볼밀링을 거친 IZTO 분말은 전술된 실시예 1(도 3) 및 실시예 2(도 7)에서와 마찬가지로, 비응집성의 나노 단위의 IZTO 분말들이 얻어졌음을 확인할 수 있다.

[0082] 도 12는 실시예 3에 따른 IZTO 분말에 있어서, 열분해 한 후 2차 소성 및 볼밀링을 실시한 후에 얻어진 나노 IZTO 분말의 XRD 분석 결과를 나타낸 것이다. 도 12를 참조하면, 본 발명의 실시예 3으로 제조된 나노 분말이

IZTO 물질임을 확인할 수 있다.

[0083] (비교예 1)

[0084] 유기첨가제를 첨가하지 않고, SnO₂ 10wt% 및 ZnO 5wt%를 함유한 나노 IZTO 분말의 제조

[0085] 전구체 용액 제조에 있어서 에틸렌글리콜 및 시트르산을 첨가하지 않고 IZTO 전구체 용액을 제조한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 성분 및 방법으로 IZTO 분말을 제조하였다.

[0086] 도 13은 비교예 1에 따른 IZTO 분말에 있어서, 열분해 및 2차 소성 전 상태의 IZTO 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 도 13을 참조하면, 본 발명의 비교예 1에 따른 2차 소성 전의 IZTO 분말은 상기 실시예들(1~3)에 따른 2차 소성 전의 IZTO 분말의 상태와 마찬가지로 구형의 마이크로 크기 입자 형태를 띄고 있으나, 전술된 실시예들과는 달리 속이 모두 채워진 형태의 분말 상태이거나 매우 두꺼운 두께를 갖는 중공 형태의 분말 상태로 형성되어 있음을 확인할 수 있다.

[0087] 도 14는 비교예 1에 따른 IZTO 분말에 있어서, 열분해 한 후 2차 소성 및 볼밀링을 거친 상태의 IZTO 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 도 14를 참조하면, 본 발명의 비교예 1에 따른 2차 소성 및 습식 볼밀링을 거친 IZTO 분말은 표면이 약간 깨진 모습을 나타내면서 마이크로 사이즈를 유지하고 있는 것으로 관찰되어 전술된 실시예들과는 달리 나노 단위의 IZTO 분말을 형성하지 못하였음을 알 수 있다. 이러한 에틸렌글리콜과 시트르산을 첨가하지 않은 IZTO 분말은 간단한 밀링 공정에서 나노 분말화가 어렵기 때문에 보다 많은 시간동안 밀링이 이루어져야 함을 물론이다. 단, 비교예 1에 따라 소량의 IZTO 분말이 분쇄되었으나, 이와 같이 분쇄된 IZTO 분말은 나노 단위로서의 의미가 없을 뿐만 아니라 그 형태가 매우 불규칙한 형태임을 확인할 수 있다.

[0088] 각 실시예들(1~3)과 비교예 1의 특징 및 표면저항값을 하기 <표 1>에 나타내었다.

표 1

구분	실시예 1	실시예 2	실시예 3	비교예 1
22.6wt% In(NO ₃) ₃ 수용액	135.56g	135.56g	135.56g	135.56g
SnCl ₂	2.09g	6.32g	3.16g	2.09g
Zn(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	2.98g	2.22g	3.33g	2.98g
EG	1.24g	1.24g	1.24g	-
CA	3.84g	3.84g	3.84g	-
2차 소성전 다공성	○	○	○	×
2차 소성후 다공성	○	◎	◎	×
표면저항 측정(Ω/□)	7.10	4.06	5.13	82.7

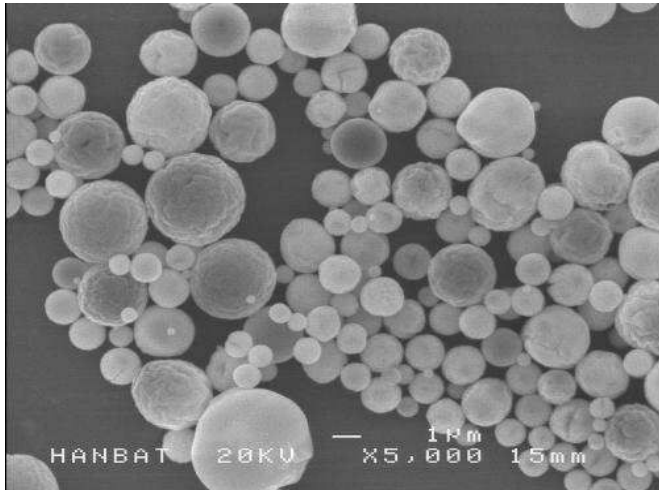
[0090] (매우높음: ◎, 높음: ○, 중간: △, 없음: ×)

[0091] 표 1을 참조하여 설명하면, 실시예들(1~3)은 유기첨가제(에틸렌글리콜 및 시트르산)를 첨가하여 IZTO 분말을 제조한 것으로서, 나노 IZTO 분말을 제조하는 중간단계에서 비교예 1과 달리 다공성 마이크로 크기의 IZTO 분말이 제조되었음을 확인할 수 있다. 특히, 실시예 2 및 실시예 3은 2차 소성 후 다공성 형태를 갖는 분말의 관찰이 증가 된 것으로 확인되었다.

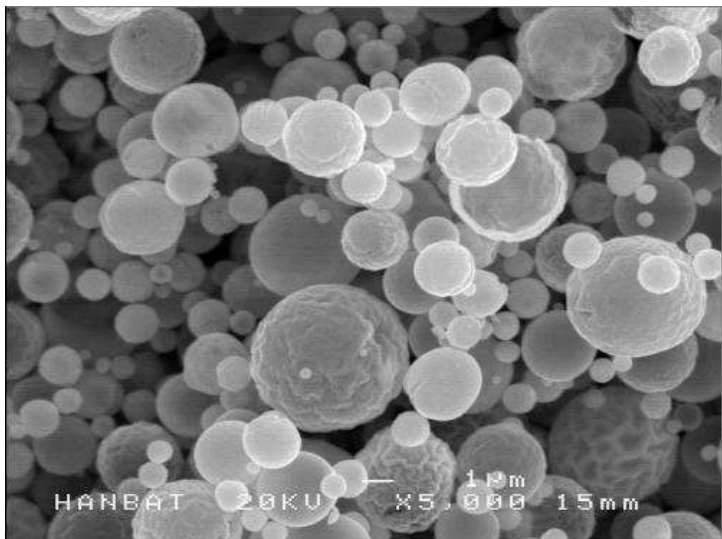
[0092] 또한, 표 1에 따르면 실시예들(1~3)의 표면저항 값이 10Ω/□이내, 구체적으로는 5 내지 7.5Ω/□의 값을 갖는 것으로 측정되었다. 이를 통하여 본 발명의 실시예들의 표면저항 값은 비교예 1의 표면저항 값이 82.7Ω/□인 것과 비교하였을 때 매우 큰 폭으로 감소되었음을 알 수 있다. 따라서, 본 발명은 본 발명의 실시예들로서 종래보다 표면저항을 크게 낮추고 전도도를 높여 매우 개선된 형태의 IZTO 분말 및 이를 이용한 투명전극물질의 제조가 가능함을 확인할 수 있다.

도면

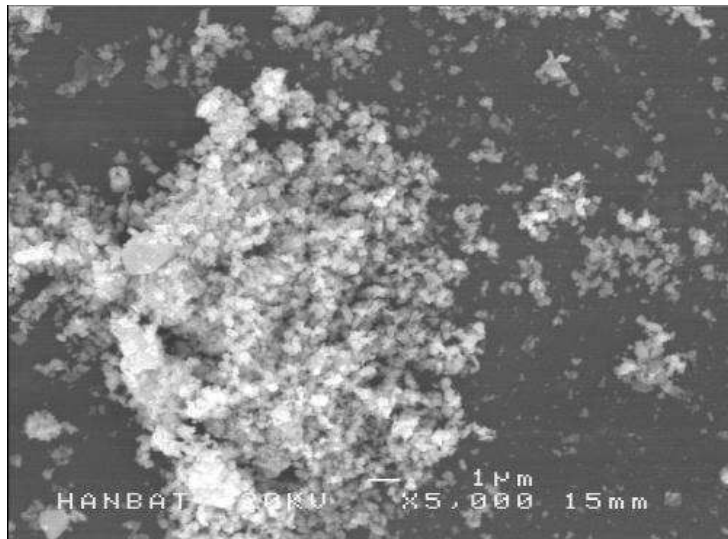
도면1



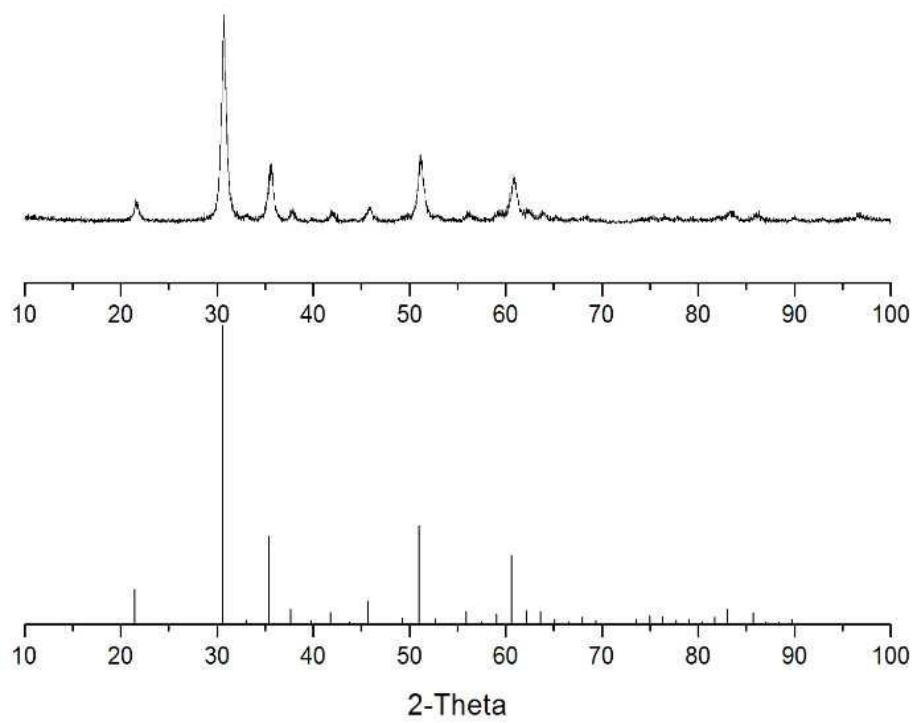
도면2



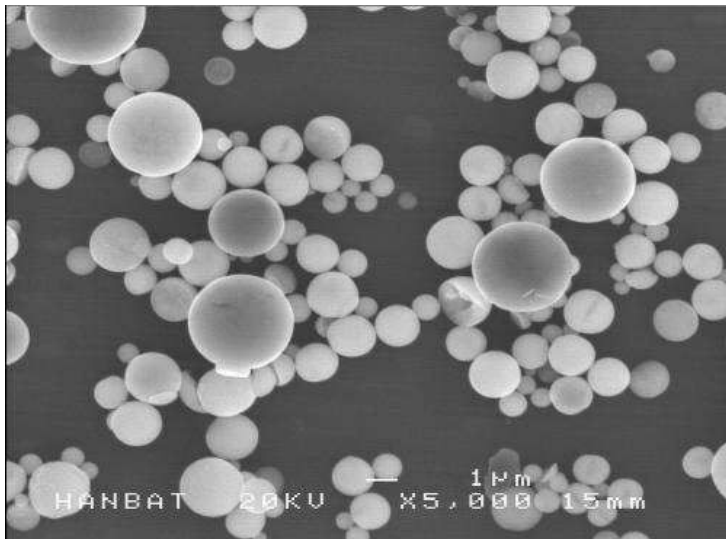
도면3



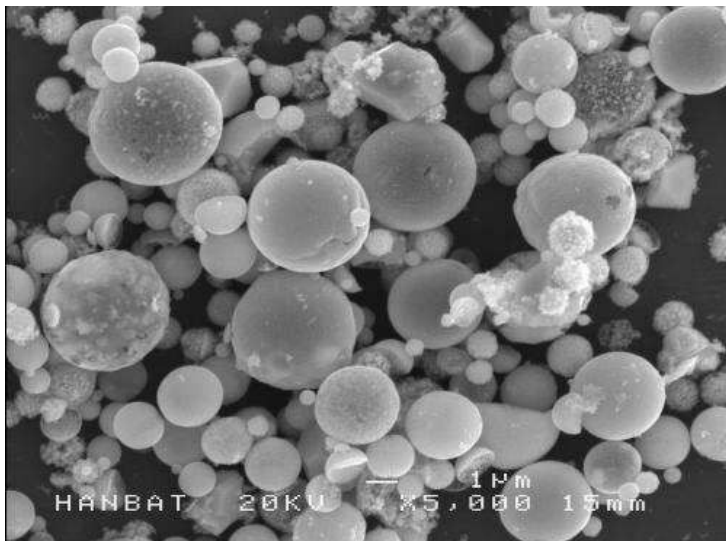
도면4



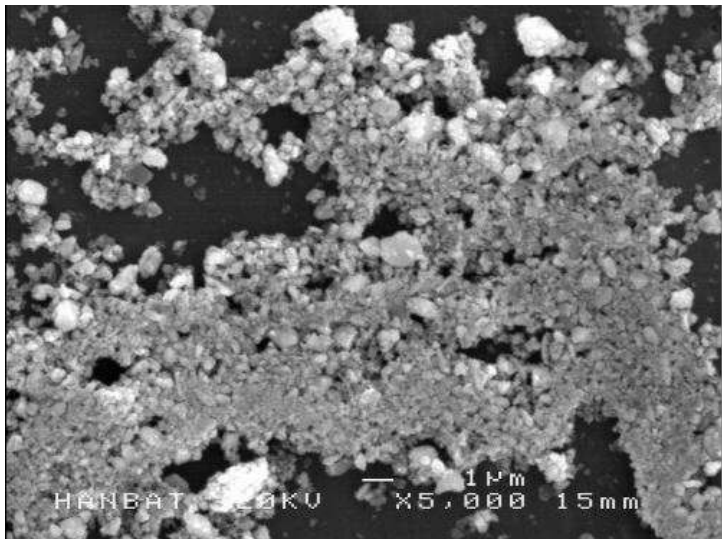
도면5



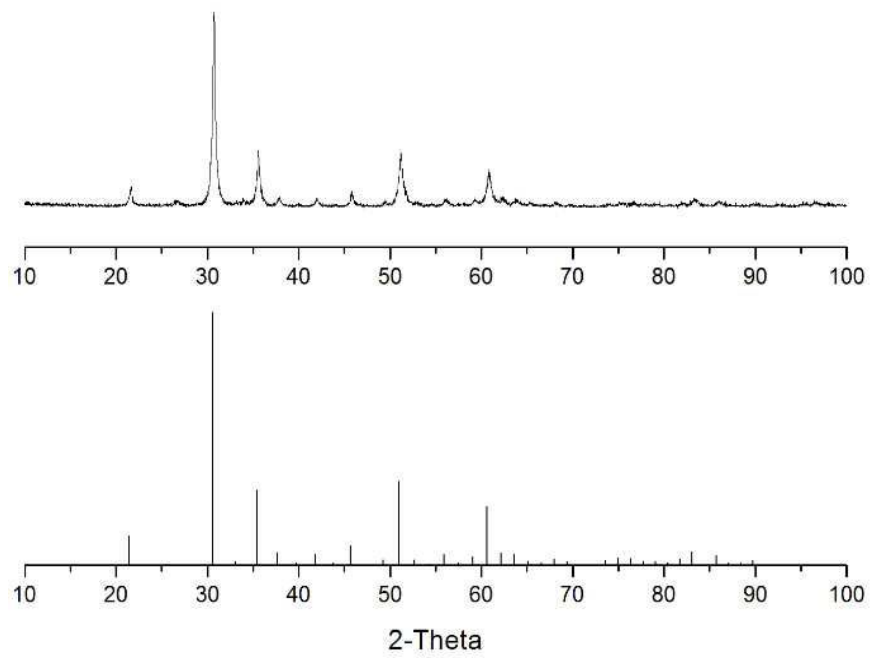
도면6



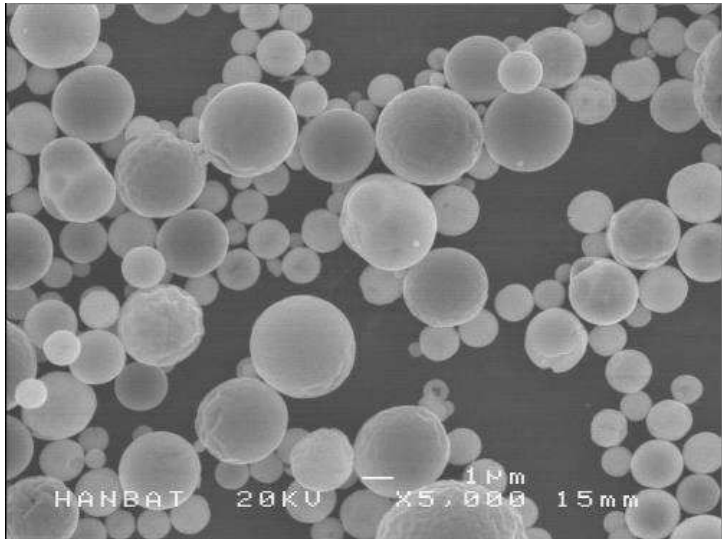
도면7



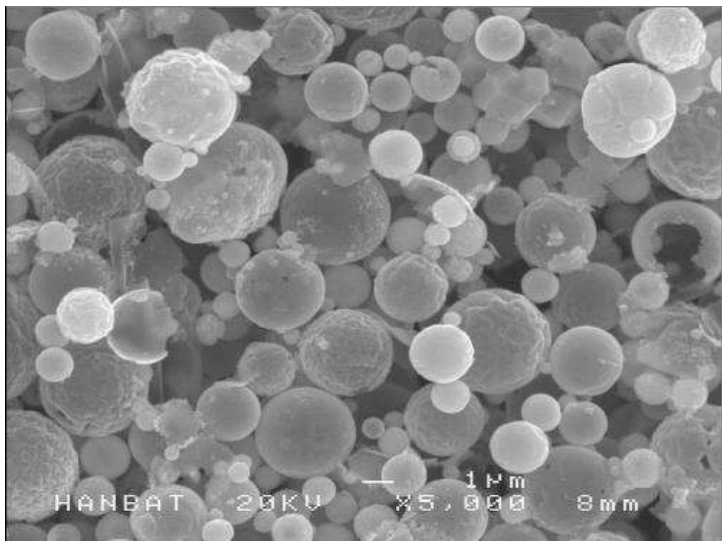
도면8



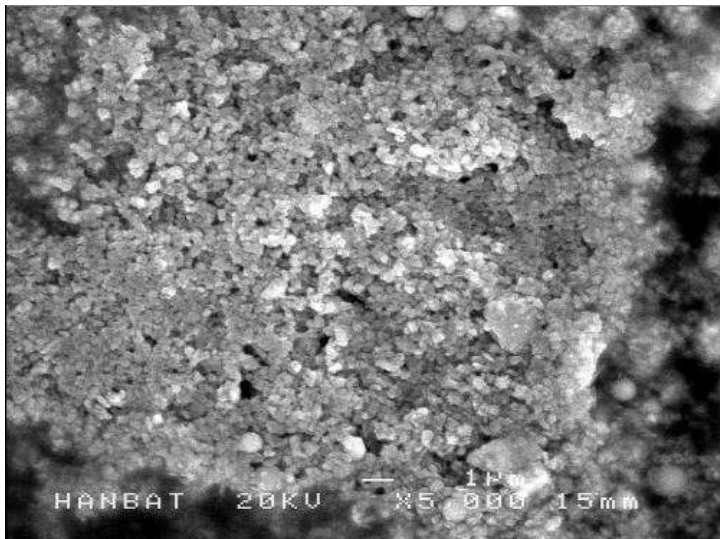
도면9



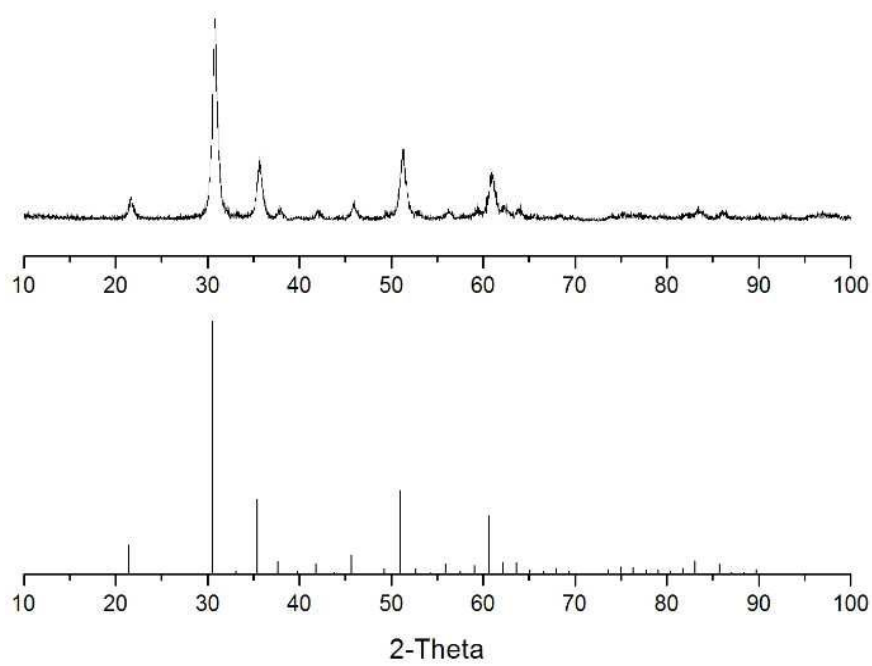
도면10



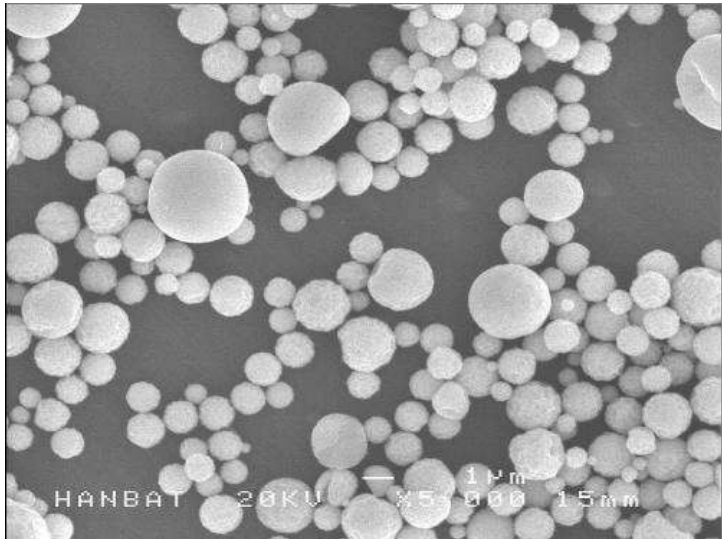
도면11



도면12



도면13



도면14

