(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2015-0137711
(43) 공개일자 2015년12월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01J 21/06 (2006.01) *B01J 27/20* (2006.01)
B01J 37/08 (2006.01) *B01J 37/34* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-0066044
(22) 출원일자 2014년05월30일
심사청구일자 2014년05월30일

(71) 출원인
서강대학교산학협력단
서울특별시 마포구 백범로 35 (신수동, 서강대학교)
(72) 발명자
문준혁
서울특별시 양천구 목동남로2길 60-7, 103동 603호 (신정동, 양천중앙하이츠아파트)
이선복
대전광역시 중구 유천로 7-7, 301호 (유천동, 유진아트빌)
(74) 대리인
특허법인엠에이피에스

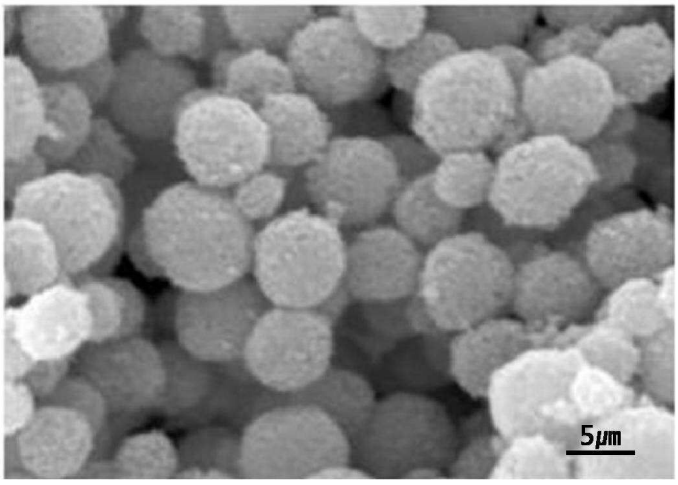
전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 **탄소-증착된 이산화티탄 입자, 이의 제조 방법, 및 이를 함유하는 광촉매**

(57) 요 약

탄소-증착된 이산화티탄 입자, 상기 탄소-증착된 이산화티탄 입자의 제조 방법, 및 상기 탄소-증착된 이산화티탄 입자를 포함하는 광촉매에 관한 것이다.

대 표 도 - 도1b



이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 201332017
부처명 미래창조과학부
연구관리전문기관 (재)한국연구재단
연구사업명 나노소재기술개발사업
연구과제명 제한공간 내 자기조립을 이용한 계층형 광전변환소재 구조제어 및 광전특성
기 여 율 30/100
주관기관 서강대학교 산학협력단
연구기간 2013.09.01 ~ 2014.08.31이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 201321033
부처명 교육부
연구관리전문기관 한국연구재단
연구사업명 일반연구자지원사업
연구과제명 고용량 슈퍼캐패시터를 위한 고밀도의 탄소나노튜브 볼 제조
기 여 율 30/100
주관기관 서강대학교 산학협력단
연구기간 2013.06.01 ~ 2014.05.31이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 201235009
부처명 교육과학기술부
연구관리전문기관 한국연구재단
연구사업명 일반연구자지원사업
연구과제명 광밴드갭에 의해 광흡수효율이 극대화된 고효율 광촉매 연구
기 여 율 40/100
주관기관 서강대학교 산학협력단
연구기간 2012.05.01 ~ 2013.04.30

명 세 서

청구범위

청구항 1

전기방사법에 의해 이산화티탄 입자를 형성하고;

상기 이산화티탄 입자에 탄소 전구체를 가교시켜 상기 가교된 탄소 전구체를 탄화시킴으로써, 상기 이산화티탄 입자에 탄소를 증착하는 것

을 포함하는, 탄소-증착된 이산화티탄 입자의 제조 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 전기방사법에 의해 이산화티탄 입자를 형성한 후, 상기 이산화티탄 입자를 가열 소결하여 안정화 및 정제시키는 것을 추가 포함하는, 탄소-증착된 이산화티탄 입자의 제조 방법.

청구항 3

제 2 항에 있어서,

상기 이산화티탄 입자를 가열 소결하는 것은 450℃ 내지 850℃의 온도 범위에서 수행하는 것인, 탄소-증착된 이산화티탄 입자의 제조 방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 전기방사법에 의해 형성된 상기 이산화티탄 입자에 탄소를 증착하는 것은, 탄소 전구체-함유 용액에 상기 이산화티탄 입자를 분산시킨 후, 불활성 기체 분위기에서 가열하여 상기 탄소 전구체를 탄화시키는 것을 포함하는 것인, 탄소-증착된 이산화티탄 입자의 제조 방법.

청구항 5

제 4 항에 있어서,

상기 탄소 전구체-함유 용액 중 상기 탄소 전구체의 질량 백분율에 따라 상기 이산화티탄 입자 표면의 탄소-증착 정도를 조절할 수 있는 것인, 탄소-증착된 이산화티탄 입자의 제조 방법.

청구항 6

제 4 항에 있어서,

상기 탄소 전구체는 페놀-포름알데히드, 하이드로퀴논-포름알데히드, 플로로글루시놀-포름알데히드, 페놀, 플로로글루시놀, 레조르시놀-포름알데히드, 탄소수 1 내지 20을 가지는 지방족 탄화수소계 또는 방향족 탄화수소계 알데히드류, 수크로스, 글루코오스, 자일로오스, 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 단량체를 산 촉매 또는 염기성 촉매를 사용하여 축합 중합 반응시켜 제조되는 것을 포함하거나; 또는, 디비닐벤젠, 아크릴로니트릴, 염화비닐, 비닐아세테이트, 스티렌, 메타크릴레이트, 메틸메타크릴레이트, 에틸렌글리콜 디메타크릴레이

트, 우레아, 멜라민, CH_2=CRR' (여기에서, R 및 R'은 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20을 가지는 알킬기 또는 아릴기를 나타냄), 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 단량체를 중합 개시제를 사용하여 부가 중합 반응시켜 제조되는 것을 포함하는 것인, 탄소-증착된 이산화티탄 입자의 제조 방법.

청구항 7

제 4 항에 있어서,

상기 불활성 기체 분위기에서 가열하여 상기 탄소 전구체를 탄화시키는 것은 700℃ 이상의 온도 범위에서 수행하는 것인, 탄소-증착된 이산화티탄 입자의 제조 방법.

청구항 8

제 1 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항에 따라 제조된 탄소-증착된 이산화티탄 입자

를 포함하는, 광촉매.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본원은, 탄소-증착된 이산화티탄 입자, 상기 탄소-증착된 이산화티탄 입자의 제조 방법, 및 상기 탄소-증착된 이산화티탄 입자를 포함하는 광촉매에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 일반적으로, 광촉매란 '빛을 받아들여 화학반응을 촉진시키는 물질', 즉, 반도체적인 물성을 지니고, 그 물질의 밴드갭 에너지보다 큰 에너지를 갖는 빛이 조사되면 여기 상태가 되어, 전자/정공쌍을 생성하는 물질이며, 이러한 반응을 광화학반응이라고 한다. 광촉매 종류에는 TiO_2, ZnO, Nb_2O_5, WO_3, SnO_2, ZrO_2, Ru^{2+}, CdS, ZnS 등이 알려져 있다. 이러한 광촉매에 자외선을 조사하면 악취성분 등의 유기화합물에 대하여 산소분자의 흡착 또는 탈착을 일으켜 분해를 촉진하는 기능을 발휘한다. 따라서, 광촉매를 이용한 기술은 환경오염을 유발하지 않는 태양 에너지를 사용하고 슬러리가 발생하지 않으며, 생물학적으로 난분해성 물질인 유기화합물에 대한 광분해가 높아 기존의 환경 처리 기술의 난점을 보완할 수 있다. 그 결과 환경 기술 에너지 분야의 신 물질 개발 영역에서 광촉매의 성능을 극대화할 수 있는 물질의 제조 및 그 응용 연구가 절실히 요구되고 있는 실정이다.

[0003] 현재 가장 많이 사용되고 있는 광촉매로서 TiO_2가 있으며, 많이 사용되는 이유 중 첫째는 CO의 산화 제거반응, 고농도 염색 폐수의 색도 처리상 오염 물질의 처리 등 다양한 분야에서 광촉매 활성이 높고, 둘째는 물리적, 화학적으로 대단히 안정하며, 셋째는 무해, 무독하고, 넷째는 가격이 싸기 때문이다. 또한, TiO_2는 미생물 살균 기능도 있어서 환경정화용 촉매로 매우 적합한 특성을 갖고 있다. 그러나 TiO_2 의 밴드갭 에너지가 비교적 높기 때문에 에너지가 큰 자외선 부근의 빛(파장, λ<380 nm)이 요구되어 TiO_2를 이용하는 광촉매는 가시광선 영역에서의 흡광도 및 광촉매 활성도가 매우 낮은 단점이 있다. 이와 관련하여, 대한민국 등록특허 제10-0336662호에는 철 화합물을 갖는 산화 티탄 입자를 함유하는 산화 티탄 광촉매에 대하여 개시하고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0004] 본원은, 탄소-증착된 이산화티탄 입자, 상기 탄소-증착된 이산화티탄 입자의 제조 방법, 및 상기 탄소-증착된 이산화티탄 입자를 포함하는 광촉매를 제공하고자 한다.

[0005] 다만, 본원의 구현예가 이루고자 하는 기술적 과제는 상기된 바와 같은 기술적 과제들로 한정되지 않으며, 또 다른 기술적 과제들이 존재할 수 있다.

과제의 해결 수단

[0006] 본원의 제 1 측면은, 전기방사법에 의해 이산화티탄 입자를 형성하고; 상기 이산화티탄 입자에 탄소 전구체를 가교시켜 상기 가교된 탄소 전구체를 탄화시킴으로써, 상기 이산화티탄 입자에 탄소를 증착하는 것을 포함하는, 탄소-증착된 이산화티탄 입자의 제조 방법을 제공한다.

[0007] 본원의 제 2 측면은, 상기 본원의 제 1 측면에 따라 제조된 탄소-증착된 이산화티탄 입자를 포함하는, 광촉매를 제공한다.

발명의 효과

[0008] 전술한 과제 해결 수단 중 어느 하나에 의하면, 본원은 전기방사법을 이용하여 광촉매로서 많이 사용되는 이산화티탄 입자를 제조하고, 상기 이산화티탄 입자에 탄소를 증착함으로써 상기 이산화티탄 입자의 높은 밴드갭을 낮춤으로써 가시광선 영역에서의 광흡수율을 높일 수 있다. 또한, 전술한 과제 해결 수단 중 어느 하나에 의하면, 상기 탄소를 증착한 이산화티탄 입자는 표면적에 얇은 막의 탄소층을 형성함으로써 비표면적을 넓힐 수 있고, 그로 인해 광활성 효율을 증가시킬 수 있으며, 높은 흡착량에 의해 오염물 흡착 특성을 향상시킬 수 있다는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0009] 도 1은, 본원의 일 실시예에 있어서, 이산화티탄 입자의 전자현미경 사진이다: 도 1a는 전기방사 방법에 의해 제조한 이산화티탄 입자이며, 도 1b는 탄소가 증착된 이산화티탄 입자임.

도 2는, 본원의 일 실시예에 있어서, 탄소-증착된 이산화티탄 입자를 850℃에서 탄화시킨 후 라만 분광기(raman spectroscopy)로 측정한 결과를 나타낸 그래프이다.

도 3은, 본원의 일 실시예에 있어서, 순수한 이산화티탄 입자와 탄소-증착된 이산화티탄 입자의 흡착량을 비교한 그래프이다.

도 4는, 본원의 일 실시예에 있어서, 순수한 이산화티탄 입자와 탄소-증착된 이산화티탄 입자를 포함하는 광촉매의 가시광선 영역에서의 광활성도를 비교한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0010] 아래에서는 첨부한 도면을 참조하여 본원이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 본원의 실시예를 상세히 설명한다. 그러나 본원은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다. 그리고 도면에서 본원을 명확하게 설명하기 위해서 설명과 관계없는 부분은 생략하였으며, 명세서 전체를 통하여 유사한 부분에 대해서는 유사한 도면 부호를 붙였다.

[0011] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부분이 다른 부분과 “연결”되어 있다고 할 때, 이는 “직접적으로 연결”되어 있는 경우뿐 아니라, 그 중간에 다른 소자를 사이에 두고 “전기적으로 연결”되어 있는 경우도 포함한다.

[0012] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부재가 다른 부재 “상에” 위치하고 있다고 할 때, 이는 어떤 부재가 다른 부재에 접해 있는 경우뿐 아니라 두 부재 사이에 또 다른 부재가 존재하는 경우도 포함한다.

[0013] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부분이 어떤 구성 요소를 “포함” 한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성 요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성 요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다. 본원 명세서 전체에서 사용되는 정도의 용어 “약”, “실질적으로” 등은 언급된 의미에 고유한 제조 및 물질 허용오차가 제시될 때 그 수치에서 또는 그 수치에 근접한 의미로 사용되고, 본원의 이해를 돕기 위해 정확하거나 절대적인 수치가 언급된 개시 내용을 비양심적인 침해자가 부당하게 이용하는 것을 방지하기 위해 사용된다. 본원 명세서 전체에서 사용되는 정도의 용어 “~(하는) 단계” 또는 “~의 단계”는 “~ 를 위한 단계”를 의미하지 않는다.

[0014] 본원 명세서 전체에서, 마쿠시 형식의 표현에 포함된 “이들의 조합(들)”의 용어는 마쿠시 형식의 표현에 기재된 구성 요소들로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상의 혼합 또는 조합을 의미하는 것으로서, 상기 구성 요소들로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상을 포함하는 것을 의미한다.

[0015] 본원 명세서 전체에서, “A 및/또는 B”의 기재는 “A 또는 B, 또는 A 및 B”를 의미한다.

[0016] 본원 명세서 전체에 있어서, "전기방사법(Electrospinning)"은 전기적으로 하전된 고분자 용액 및 용융물의 젯(jet)을 통해 마이크로미터 내지 나노미터 스케일의 직경을 갖는 무작위적으로 배열된 연속상의 섬유를 구현하는 방법을 의미하는 것으로서, 기존에 알려진 자기조립(self-assembly), 상분리(phase separation), 주형합성(template synthesis) 등의 방법들에 비해 간단하고 용매에 용융 및 혼합이 가능한 모든 고분자 재료에 모두 사용하여 나노 섬유를 쉽게 제조할 수 있는 방법을 뿐 아니라 형상에 기인한 높은 비표면적, 공극률 및 구조/크기의 조절의 용이성에 기인하는 여러 가지 다양한 특성을 바탕으로 의공학/산업적 응용에 적용이 가능한 기술일 수 있으나, 본원은 이에 제한되지 않을 수 있다.

[0017] 이하, 본원의 구현예를 상세히 설명하였으나, 본원이 이에 제한되지 않을 수 있다.

[0018] 본원의 제 1 측면은, 전기방사법에 의해 이산화티탄 입자를 형성하고; 상기 이산화티탄 입자에 탄소 전구체를 가교시켜 상기 가교된 탄소 전구체를 탄화시킴으로써, 상기 이산화티탄 입자에 탄소를 증착하는 것을 포함하는, 탄소-증착된 이산화티탄 입자의 제조 방법을 제공한다.

[0019] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 전기방사법에 의해 이산화티탄 입자를 형성한 후, 탄소 전구체를 가교시키기 전에 상기 이산화티탄 입자를 가열 소결하여 안정화 및 정제(purification)시키는 것을 추가 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다.

[0020] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 이산화티탄 입자를 가열 소결하는 것은 약 450℃ 내지 약 850℃의 온도 범위에서 수행하는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다. 상기 가열 소결하는 온도는, 예를 들어, 약 450℃ 내지 약 850℃, 약 500℃ 내지 약 850℃, 약 550℃ 내지 약 850℃, 약 600℃ 내지 약 850℃, 약 650℃ 내지 약 850℃, 약 700℃ 내지 약 850℃, 약 750℃ 내지 약 850℃, 약 800℃ 내지 약 850℃, 약 450℃ 내지 약 800℃, 약 450℃ 내지 약 750℃, 약 450℃ 내지 약 700℃, 약 450℃ 내지 약 650℃, 약 450℃ 내지 약 600℃, 약 450℃ 내지 약 550℃, 또는 약 450℃ 내지 약 500℃의 온도 범위에서 가열 소결하여 안정화 및 정제시키는 것을 포함할 수 있으며, 바람직하게는 약 450℃ 내지 약 600℃의 온도 범위에서 가열 소결하여 안정화 및 정제시키는 것을 포함할 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다.

[0021] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 탄소를 증착하는 것은, 탄소를 도핑, 코팅, 및 담지하는 역할을 수행하는 것을 의미할 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다.

[0022] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 전기방사법에 의해 형성된 상기 이산화티탄 입자에 탄소를 증착시키는 것은, 탄소 전구체-함유 용액에 상기 이산화티탄 입자를 분산시킨 후, 불활성 기체 분위기에서 가열하여 상기 탄소 전구체를 탄화시키는 것을 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다.

[0023] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 탄소 전구체-함유 용액 중 상기 탄소 전구체의 질량 백분율에 따라 상기 이산화티탄 입자 표면의 탄소-증착 정도를 조절할 수 있는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다.

[0024] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 탄소 전구체는 페놀-포름알데히드, 하이드로퀴논-포름알데히드, 플로로글루시놀-포름알데히드, 페놀, 플로로글루시놀, 레조르시놀-포름알데히드, 탄소수 1 내지 20을 가지는 지방족 탄화수소계 또는 방향족 탄화수소계 알데히드류, 수크로스, 글루코오스, 자일로오스, 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 단량체를 산 촉매 또는 염기성 촉매를 사용하여 축합 중합 반응시켜 제조되는 것을 포함하거나; 또는, 디비닐벤젠, 아크릴로니트릴, 염화비닐, 비닐아세테이트, 스티렌, 메타크릴레이트, 메틸메타크릴레이트, 에틸렌글리콜 디메타크릴레이트, 우레아, 멜라민, CH_2=CRR' (여기에서, R 및 R'은 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20을 가지는 알킬기 또는 아릴기를 나타냄), 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 단량체를 중합 개시제를 사용하여 부가 중합 반응시켜 제조되는 것을 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다. 예를 들어, 상기 중합개시제는 부가중합반응을 형성할 수 있는 물질이라면 제한 없이 사용될 있으며, 그 예로서, 아조비스이소부티로니트릴(AIBN), t-부틸퍼아세테이트(t-butyl peracetate), 벤조일퍼옥시드(BPO), 아세틸퍼옥시드(acetyl peroxide), 라우릴퍼옥시드(lauryl peroxide), 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 1 종 이상의 개시제를 사용할 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다.

[0025] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 불활성 기체 분위기에서 가열하여 상기 탄소 전구체를 탄화시키는 것은 약 700℃ 이상의 온도범위에서 수행하는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다. 상기 가열하여 상기 탄소 전구체를 탄화시키는 온도는, 예를 들어, 바람직하게는 약 700℃ 내지 약 850℃, 약 700℃ 내지 약 800℃, 약

700℃ 내지 약 750℃, 약 750℃ 내지 약 850℃, 약 750℃ 내지 약 800℃, 또는 약 800℃ 내지 약 850℃의 온도 범위에서 가열하여 상기 탄소 전구체를 탄화시키는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다.

[0026] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 탄소-증착된 이산화티탄 입자는, 이산화티탄 입자에 탄소가 증착되어 상기 가열 소결 단계에서 이산화티탄 입자 간의 소결을 방지하여 이산화티탄 층의 다공성을 유지할 수 있도록 할 수 있고, 이로 인해 물질의 흡착량과 물질 전달력을 증가시킬 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다.

[0027] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 이산화티탄 입자에 탄소를 증착시킴으로써 가시광선 대역 흡수가 가능할 수 있고, 이에 의해 광 활성도를 높일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다.

[0028] 본원의 제 2 측면은, 상기 본원의 제 1 측면에 따라 제조된 탄소-증착된 이산화티탄 입자를 포함하는, 광촉매를 제공한다. 본원에 따른 상기 광촉매에 대하여 본원의 제 1 측면에 따른 탄소-증착된 이산화티탄 입자에 대해서는 상세한 설명을 생략하였으나, 본원의 제 1 측면에 대해 설명한 내용은 본원의 제 2 측면에서 그 설명이 생략되었더라도 동일하게 적용될 수 있다.

[0029] 본원의 일 구현예에 있어서, 기재 상에 형성된 탄소-증착된 이산화티탄 입자를 포함하는 광촉매는, 탄소를 증착시킴으로써 가시광 대역 흡수 및 탄소 코팅에 의한 오염물 흡착을 향상시키는 효과가 있을 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다.

[0030] 이하, 본원에 대하여 실시예 및 도면을 이용하여 좀 더 구체적으로 설명하지만, 하기 실시예는 본원의 이해를 돕기 위하여 예시하는 것일 뿐, 본원의 내용이 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.

[0031]

[0032] **[실시예]**

[0033] **실시예 1: 탄소가 증착된 이산화티탄 입자를 포함하는 광촉매 제조**

[0034] 먼저, 전기방사 방법을 통해 이산화티탄 입자를 제조하고, 상기 이산화티탄 입자를 450℃에서 소결하였다. 이후, 상기 이산화티탄 입자를 탄소 전구체인 페놀-포름알데히드 레졸(PF resol) 용액에 분산시켜 상기 이산화티탄 입자 표면에 탄소 전구체를 흡착시킨 후, 거름종이에 상기 이산화티탄 입자를 걸렀다. 상기 거름종이에 거른 상기 이산화티탄 입자를 진공상태에서 건조시킨 후 수거하였다. 상기 수거된 이산화티탄 입자를 질소 분위기에서 850℃의 온도에서 3 시간 동안 가열하였다. 상기 과정을 통해 탄소가 증착된 이산화티탄 입자를 포함하는 광촉매를 제조하였다.

[0035] 더 구체적으로, 이산화티탄 입자(P25, deguassa)를 에탄올과 물 비율 5:5 내지 8:2의 부피비로 만들어진 용액에 분산 시켜 최종적으로 11 wt%의 이산화티탄 용액을 만들었다. 상기 이산화티탄 용액을 실린지에 넣고 전자방사 장비(nano NC, 30 kV)를 사용하여 27 G 노즐, 10.4 kV 조건에서 상기 이산화티탄 용액을 분사하여 직경 195 nm 크기를 갖는 이산화티탄 입자를 형성하였다. 상기 형성된 이산화티탄 입자를 450℃의 온도에서 2 시간 동안 가열 소결 공정을 실시하여 상기 이산화티탄 입자를 안정화시켰다. 상기 이산화티탄 입자에 탄소를 증착하기 위하여 페놀-포름알데히드 레졸 5%가 포함된 에탄올 수용액을 이용하여 상기 제조한 이산화티탄 입자를 분산시켰다. 상기 페놀-포름알데히드 레졸은 페놀 0.1 M에 수산화나트륨 용액(20 wt%)에 용해시킨 뒤, 포름알데히드 5 ml를 드랍와이즈(dropwise)하여 투입하고, 포름알데히드 투입 후 1 시간 동안 반응을 시킨 뒤 0.6 M 염산으로 중화시키고 용매를 24 시간 동안 증발시켜 페놀-포름알데히드 레졸을 수득하였다. 상기 분산된 용액을 거름종이를 이용해서, 이산화티탄 입자를 거르고 진공상태에서 건조시킨 후 수거하였다. 상기 과정에서 수거된 이산화티탄 입자를 질소 분위기에서 850℃의 온도에서 3 시간 동안 가열하여 탄화시키는 공정을 실시하였다. 상기 과정을 통해 탄소가 증착된 이산화티탄 입자를 포함하는 광촉매를 제작하였다.

[0036] **실험예 1 : 전자현미경(FE-SEM) 분석**

[0037] 상기 실시예에서 수득된 전기방사를 이용하여 제조한 이산화티탄 입자 및 탄소가 증착 및 코팅된 이산화티탄 입자를 15 kV, 30 K의 조건에서 전계방사 주사전자현미경(Field Emission Scanning Electron Microscope, FE-SEM)(Hitachi s4700)을 이용하여 확인하였다.

[0038] 이와 관련하여, 도 1a는 전기방사 방법에 의해 제조한 이산화티탄 입자를 나타내었고, 도 1b는 탄소가 증착된 이산화티탄 입자를 나타내었다. 도 1에 나타낸 바와 같이, 전기방사법에 의해 제조된 이산화티탄 입자 표면에 탄소가 증착된 것을 확인할 수 있었다.

[0039] **실험예 2 : 라만 분광기(raman spectroscopy) 분석**

[0040] 상기 실시예에서 수득된 전기방사를 이용하여 제조한 이산화티탄 입자 및 탄소가 증착된 이산화티탄 입자를 850℃에서 탄화시킨 후 라만 분광기(Horiba Jobin Yvon/LabRam Aramis)를 이용하여 514.532 nm(Ar-ion laser), 0.5 mW(power)의 조건에서 분석을 실행하였다. 구체적으로, 도 2에 나타낸 바와 같이, 850℃의 고온에서의 열처리 과정을 거쳤음에도 불구하고, 아나타제(anatase) 피크가 검출됐음을 확인하였고, 1,000 cm^{-1} 내지 2,000 cm^{-1}에서 검출된 탄소는 비결정질(amorphous) 탄소임을 확인하였다. 또한, XRD(X-ray diffractometer) 측정(미도시)에 의해서도 탄소가 증착된 이산화티탄 입자는 아나타제 형태를 부분 유지하는 것을 확인하였다.

[0041] **실험예 3 : 흡착량 측정**

[0042] 상기 실시예에 따라 제조된 광촉매의 흡착량을 측정하기 위하여, 염료 메틸렌블루(methylene blue, MB) 0.067 mM, 30 ml에 50 g의 촉매를 넣어 한 시간 동안 흡착 반응시킨 뒤, 흡착 전과 흡착 후를 UV/Vis 스펙트로미터(UV/Vis spectrometer)로 분석하였다.

[0043] 구체적으로, 도 3에 나타낸 바와 같이, 순수한 이산화티탄 입자와 탄소가 증착된 이산화티탄 입자의 흡착량은, 흡탈착 평형에 도달했을 때, 순수한 이산화티탄 입자보다 탄소가 증착된 이산화티탄 입자가 약 20 배의 염료를 흡착하는 것을 확인할 수 있었다. 이는 이산화티탄 입자에 탄소가 증착됨으로써 비표면적이 증가하고, 이에 따라 흡착 용량이 증가한 것을 의미한다.

[0044] **실험예 4: 광촉매 활성도 측정**

[0045] 상기 실시예에 따라 제조된 광촉매의 활성도를 AM 1.5 G 필터가 장착된 1,000 W 제논램프 및 UV-Vis 스펙트로미터 (SHIMADZU UV-2550)를 이용하여 측정하였으며, 이 때 메틸렌블루의 광원을 조사한 후 시간에 따른 메틸렌블루의 흡광도를 측정 및 분석하여 활성도(분해도)를 추정하는 방법을 이용하였다. 구체적으로, 도 4에 나타낸 바와 같이, 탄소-증착된 이산화티탄 입자(b) 광촉매와 순수한 이산화티탄 입자(a) 광촉매의 활성도를 비교하였다. 활성도 측정 결과, 탄소-증착된 이산화티탄 입자(b) 광촉매의 경우 순수한 이산화티탄 입자(a)보다 활성도가 높게 나타났고, 가시광선영역에서 반응이 이루어진 것으로 보아 밴드갭이 낮아져 가시광선 영역에서도 반응이 일어난 것을 확인하였다.

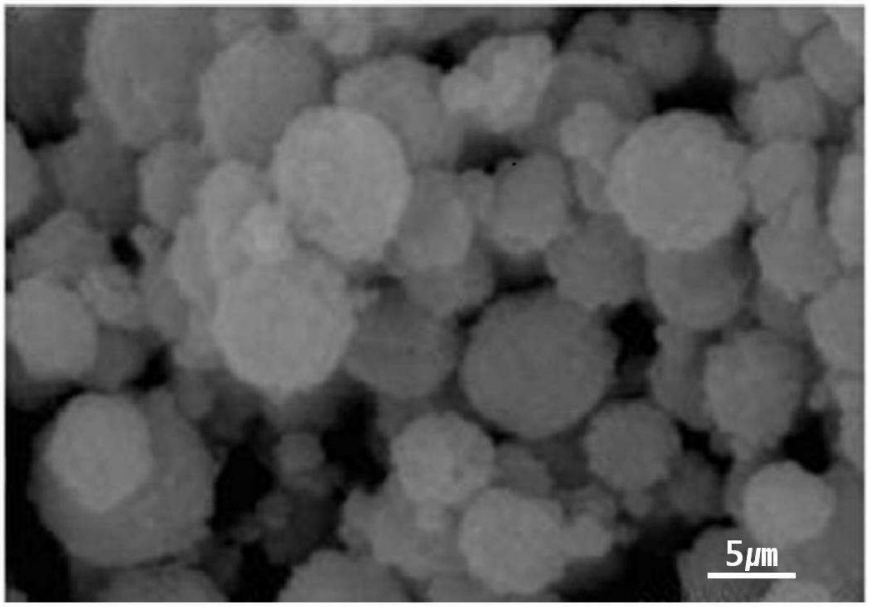
[0046] 메틸렌블루 분해 반응에서는 탄소가 증착되어 표면적을 넓히고, 밴드갭이 줄어들어 에너지가 낮은 가시광선 영역에서 광촉매의 활성도가 높아졌다.

[0047] 전술한 본원의 설명은 예시를 위한 것이며, 본원이 속하는 기술분야의 통상의 지식을 가진 자는 본원의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 쉽게 변형이 가능하다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다. 예를 들어, 단일형으로 설명되어 있는 각 구성 요소는 분산되어 실시될 수도 있으며, 마찬가지로 분산된 것으로 설명되어 있는 구성 요소들도 결합된 형태로 실시될 수 있다.

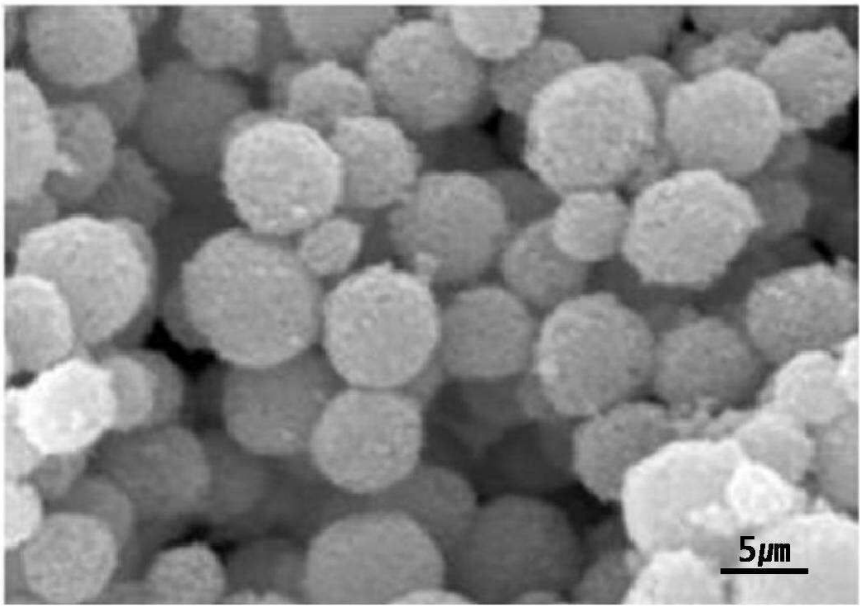
[0048] 본원의 범위는 상기 상세한 설명보다는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타내어지며, 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 균등 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본원의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 한다.

도면

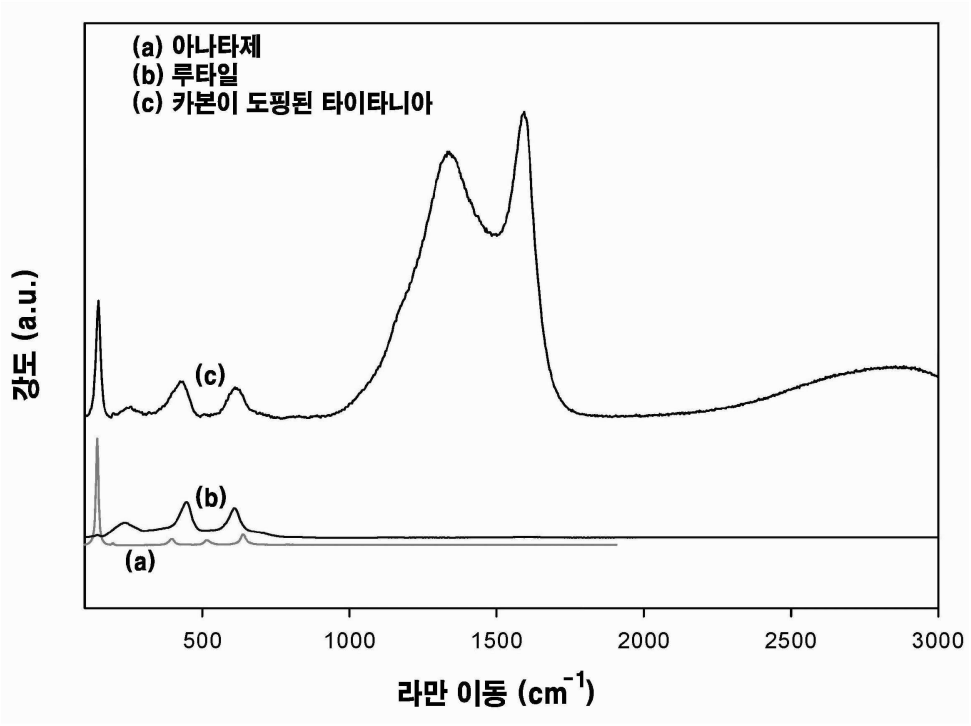
도면1a



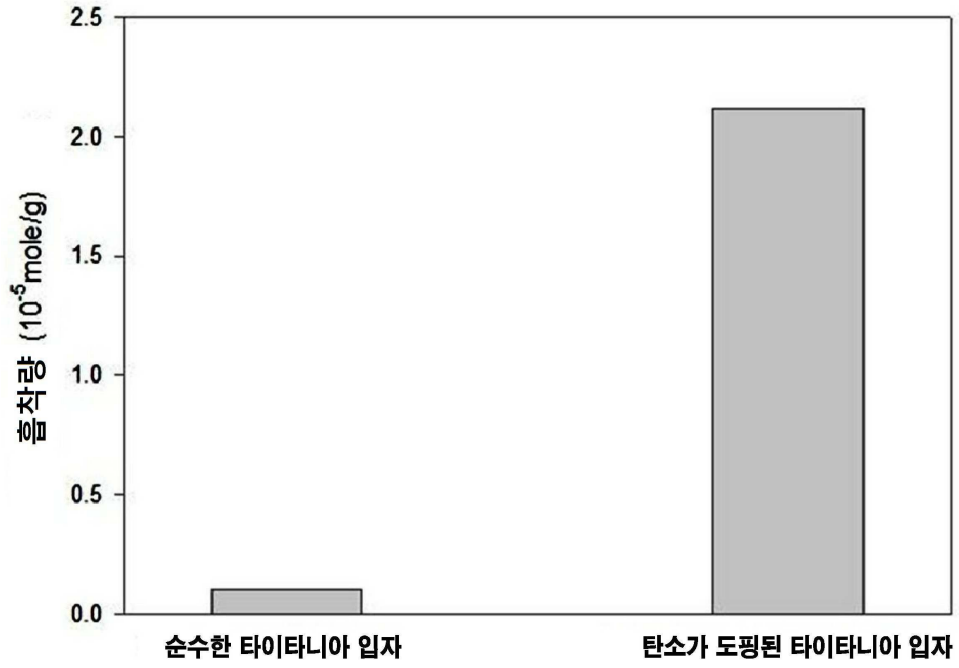
도면1b



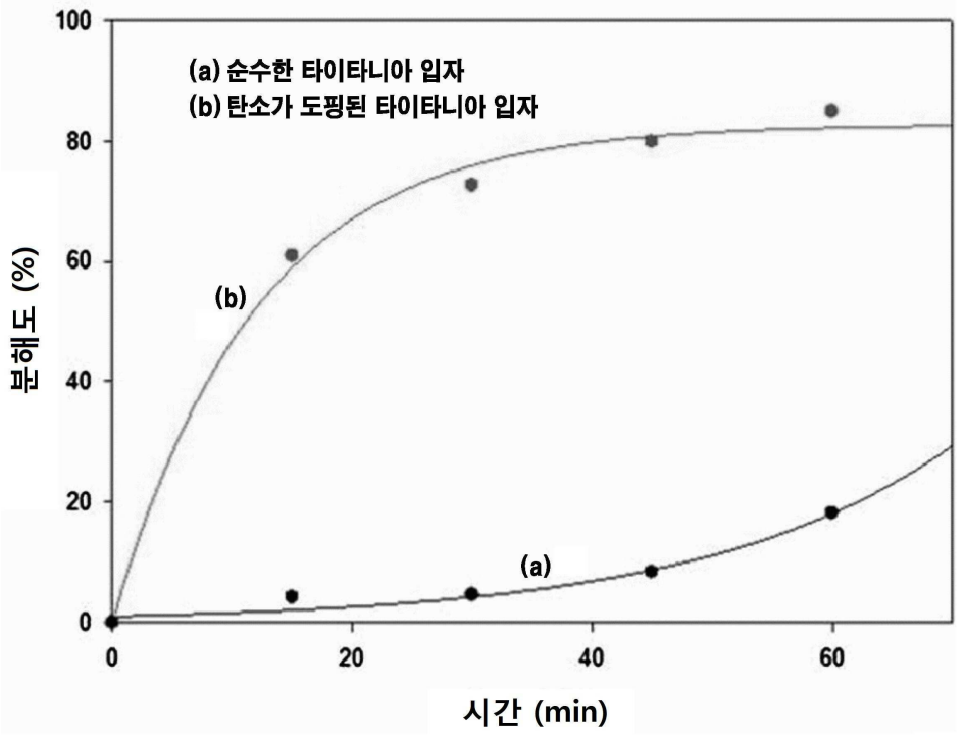
도면2


(a) 아나타제
(b) 루타일
(c) 카본이 도핑된 타이타니아
강도 (a.u.)
(c)
(b)
(a)
500
1000
1500
2000
2500
3000
라만 이동 (cm-1)

도면3


2.5
2.0
1.5
1.0
0.5
0.0
흡착량 (10-5mole/g)
순수한 타이타니아 입자
탄소가 도핑된 타이타니아 입자

도면4


(a) 순수한 타이타니아 입자
(b) 탄소가 도핑된 타이타니아 입자
(b)
(a)
분해도 (%)
시간 (min)
100
80
60
40
20
0
0
20
40
60