

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0118572

(43) 공개일자 2022년08월26일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C01G 9/02 (2006.01) B01J 19/12 (2006.01)

B01J 23/06 (2006.01) B01J 35/00 (2006.01)

B01J 37/34 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C01G 9/02 (2013.01)

B01J 19/121 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2021-0021618

(22) 출원일자 2021년02월18일

심사청구일자 2021년02월18일

(71) 출원인

경상국립대학교산학협력단

경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)

(72) 발명자

최명룡

경상남도 진주시 내동로348번길 10, 109동 206호
(가좌동, 가좌그린빌주공아파트)

김태호

경상남도 진주시 가호로 79 102동 705호 (호탄동,
대경빌라트)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

이원희

전체 청구항 수 : 총 12 항

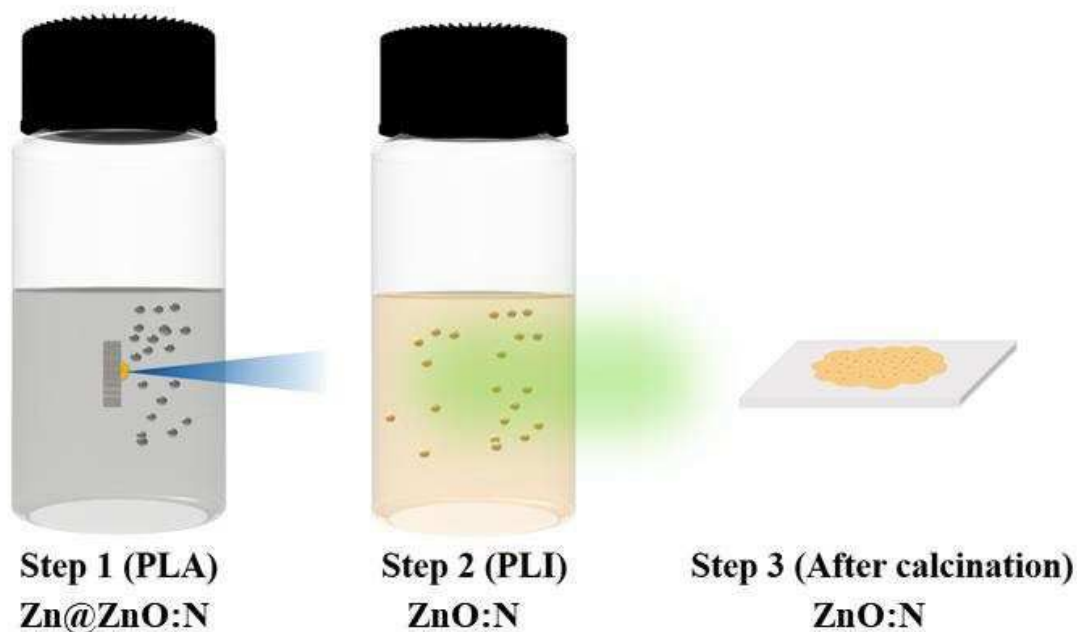
(54) 발명의 명칭 펄스레이저 공정을 이용한 질소가 도핑된 산화아연 제조방법

(57) 요약

본 발명은 펄스레이저 공정을 이용한 질소가 도핑된 산화아연 입자의 제조방법에 관한 것으로, 구체적으로 우레아를 포함하는 수용액에 침지된 아연 소스에 1000 nm 내지 1100 nm 파장의 펄스레이저를 조사하여 산화아연 콜로이드를 형성하는 단계; 및 상기 산화아연 콜로이드가 형성된 용액에 500 nm 내지 600 nm의 펄스레이저를 조사하

(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



여 질소 도핑된 산화아연 입자를 합성하는 단계;를 포함하는, 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연 입자의 제조방법을 제공한다.

본 발명의 제조방법에 따르면, 질소 공급원으로 우레아를 포함하고 특정 조건의 펄스레이저를 두 차례 조사함으로써, 친환경적으로 비용과 시간을 절약하여 질소가 도핑된 산화아연을 제조할 수 있다. 또한, 우레아의 농도를 조절하지 않고도 펄스레이저 공정을 통해 질소가 도핑되는 산화 아연의 양을 제어할 수 있는 장점이 있다. 또한, 본 발명에 따라 제조되는 질소 도핑된 산화아연은 가시광선에서 활성을 갖는 광촉매로서 우수한 효율을 갖는 효과가 있다.

(52) CPC특허분류

B01J 23/06 (2013.01)

B01J 35/004 (2013.01)

B01J 37/349 (2013.01)

C01P 2002/52 (2013.01)

(72) 발명자

이승준

경상남도 창원시 의창구 대봉로 27 피닉스포레 30
4동 601호

띠따기리 자야라만

경상남도 진주시 진주대로 501 경상대학교

류학승

경상남도 진주시 가좌길 66 201 호 (가좌동)

상카르나이크슈레양카

경상남도 진주시 내동면 신율길 7 203호

연상훈

경상남도 진주시 도동로 190

유이슬

경상남도 진주시 가호로 26 204동 1005호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호

1345330733

과제번호

2019R1A6C1010042

부처명

교육부

과제관리(전문)기관명

한국기초과학지원연구원

연구사업명

이공학학술연구기반구축(R&D)

연구과제명

핵심연구지원센터 조성 지원 과제(광화학나노소재전문핵심연구지원센터)

기 여 율

1/1

과제수행기관명

경상대학교 산학협력단

연구기간

2020.03.01 ~ 2021.02.28

명세서

청구범위

청구항 1

우레아를 포함하는 수용액에 침지된 아연 소스에 1000 nm 내지 1100 nm 파장의 펄스레이저를 조사하여 산화아연 콜로이드 입자를 형성하는 단계; 및

상기 산화아연 콜로이드 입자가 형성된 용액에 500 nm 내지 600 nm의 펄스레이저를 조사하여 질소 도핑된 산화아연 입자를 합성하는 단계를 포함하는, 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연 입자의 제조방법.

청구항 2

수용액에 침지된 아연 소스에 1000 nm 내지 1100 nm 파장의 펄스레이저를 조사하여 산화아연 콜로이드 입자를 형성하는 단계; 및

상기 형성된 산화아연 콜로이드 입자를 우레아를 포함하는 수용액에 첨가하고 500 nm 내지 600 nm의 펄스레이저를 조사하여 질소 도핑된 산화아연 입자를 합성하는 단계를 포함하는, 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연 입자의 제조방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 합성된 질소 도핑된 산화아연 입자를 세척한 후 열처리하는 단계를 더 포함하는, 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연 입자의 제조방법.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 아연 소스는 아연 금속인 것인, 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연 입자의 제조방법.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 산화아연 콜로이드 형성 단계에서, 펄스레이저의 파워는 50 mJ/cm^2 내지 150 mJ/cm^2 인 것인, 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연 입자의 제조방법.

청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 질소 도핑된 산화아연 입자 합성 단계에서, 펄스레이저의 파워는 50 mJ/cm^2 내지 150 mJ/cm^2 인 것인, 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연 입자의 제조방법.

청구항 7

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 산화아연 콜로이드 형성 단계에서, 펄스레이저의 조사는 10 분 내지 1 시간 동안 수행되는 것인, 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연 입자의 제조방법.

청구항 8

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 질소 도핑된 산화아연 입자 합성 단계에서, 펄스레이저의 조사는 10 분 내지 1 시간 동안 수행되는 것인, 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연 입자의 제조방법.

청구항 9

제3항에 있어서,

상기 열처리는 300℃ 내지 700℃의 온도로 수행되는 것인, 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연 입자의 제조방법.

청구항 10

제3항에 있어서,

상기 열처리는 30 분 내지 3 시간 동안 수행되는 것인, 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연 입자의 제조방법.

청구항 11

제1항 또는 제2항의 방법으로 제조된 질소 도핑된 산화아연 입자.

청구항 12

제11항에 있어서,

상기 산화아연 입자는 가시광선 영역에서 활성을 갖는 것인, 질소 도핑된 산화아연 입자.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 펄스레이저 공정을 이용한 질소가 도핑된 산화아연 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 산화 아연(Zinc Oxide, ZnO)은 반도체 분야에서 잘 알려진 n-type 물질 중 하나로, 여러 연구 및 상업 응용 분야에서 상당한 관심을 받고 있는 물질이다. 산화 아연은 넓은 밴드갭(3.3eV)을 가지는 반도체 재료로 자외선(UV) 영역에서 활성화된다.

[0004] 산화아연은 자외선 흡수제, 광촉매, 광 검출기, 트랜지스터 등 많은 응용분야에서 주목받아 왔으며, 다양한 형태로 산화아연 물질을 생산하기 위한 기술, 예를 들어, 졸-겔 공정, 열수 공정 및 화학 기상 증착 공정 등 다양

한 합성 기법이 개발되어왔다.

- [0005] 한편, 최근 3.3eV의 넓은 밴드갭을 갖는 산화아연과 같이 자외선(UV) 영역의 활성을 갖는 물질을 가시광선(Visible light) 영역의 활성 물질로 변경하기 위한 다양한 기술이 활용되고 있다. 일반적인 방법 중 하나는 금속 표면에 비금속을 도핑하여 새로운 반도체 재료를 제조하는 것이다.
- [0006] 산화아연의 넓은 밴드갭을 적절한 도펀트를 제어 가능하게 도입하여 감소시킴으로써, 가시 범위에서 작동하는 광촉매로 적용되도록 할 수 있다.
- [0007] 이때, 질소는 저렴하고 자원적으로 풍부한 비금속으로, 산소와 유사한 원자 반경과 큰 전기음성도 특성을 가지고 있어, 산화아연의 도펀트(dopant)로 광범위하게 사용된다.
- [0008] 이에, 질소가 도핑된 산화아연(ZnO:N)의 합성에 관한 다양한 연구가 수행되고 있다. 선행하는 비특허문헌 1은 과산화아연(ZnO_2)을 전구체로 하여 올레일아민(oleylamine) 처리하고 마이크로파 조사(microwave irradiation) 기법을 이용하여 질소 도핑된 산화아연을 합성하는 방법을 개시하고 있다.
- [0009] 또한, 비특허문헌 2는 아세트산아연(Zinc acetate)을 전구체로 사용하고 우레아(Urea)을 질소 공급원으로 하는 졸-겔(sol-gel) 공정에 의해 질소 도핑된 산화아연을 합성하는 것을 개시하고 있다.
- [0011] 다만, 상기 비특허문헌 1은 합성과정에서 아세테이트 아연, 질산아연, 올레아민 등을 사용하였고 중간과정에서 과산화아연(ZnO_2)이 합성이 되는데 이 ZnO_2 는 강력한 산화제이고 폭발성 물질이며 피부와 눈에 염증을 일으킬 수 있는 독성 물질에 해당한다. 또한, 상기 비특허문헌 2에서 사용된 질산암모늄(NH_4NO_3) 또한 폭발성 물질이며 환경에 악영향을 주는 물질이다.
- [0012] 또한, 상기 선행문헌들에 개시된 합성방법은 각각 대략 15시간, 30시간이 소요된다. 즉, 상기 비특허문헌 1 및 2는 비용, 시간 소모가 크고 다양한 화학 물질을 이용하여 친환경적이지 못한 문제점을 갖는다.
- [0014] 한편, 펄스레이저를 이용한 합성 기법(pulsed laser assisted synthesis, PLAS)은 다양한 종류의 나노물질을 제조하는 방법 중 하나로, 이는 단색 광원의 포커싱된 빔을 액체 매질에서 표적 금속에 조사하는 간단한 방법으로 표적 금속으로부터 나노입자를 생성할 수 있다. 또한, 다양한 용매와 시약을 매체로 사용하여 생성되는 재료의 형태와 크기를 쉽게 변경할 수 있다.
- [0016] 이에, 본 발명자들은 기존의 방법보다 더욱 단시간에 이용 가능한 간단한 방법으로 다양한 화학물질을 사용하지 않고 질소 도핑된 산화아연 합성이 가능한 방법으로서, 우레아를 질소공급원으로 포함하고 특정 조건의 펄스레이저 공정을 이용하여 질소가 도핑된 산화 아연을 합성하는 방법을 개발하고자 연구한 결과 본 발명에 이르게 되었다.

선행기술문헌

비특허문헌

- [0018] (비특허문헌 0001) Herring, N.P., Panchakarla, L.S., El-Shall, M.S., 2014. P-Type Nitrogen-Doped ZnO Nanostructures with Controlled Shape and Doping Level by Facile Microwave Synthesis. Langmuir 30, 2230-2240.
- (비특허문헌 0002) Macías-Sánchez, J.J., Hinojosa-Reyes, L., Caballero-Quintero, A., de la Cruz, W., Ruiz-Ruiz, E., Hernandez-Ramírez, J.

rez, A., Guzmán

n-Mar, J.L., 2015. Synthesis of nitrogen-doped ZnO by sol-gel method: characterization and its application on visible photocatalytic degradation of 2,4-D and picloram herbicides. Photochemical & Photobiological Sciences 14, 536-542.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0019] 본 발명의 목적은 펄스레이저 공정을 이용한 질소가 도핑된 산화아연 제조방법을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0021] 상기 목적을 달성하기 위하여,

[0022] 본 발명의 일 측면에서는,

[0023] 우레아를 포함하는 수용액에 침지된 아연 소스에 1000 nm 내지 1100 nm 파장의 펄스레이저를 조사하여 산화아연 콜로이드 입자를 형성하는 단계; 및

[0024] 상기 산화아연 콜로이드 입자가 형성된 용액에 500 nm 내지 600 nm의 펄스레이저를 조사하여 질소 도핑된 산화아연 입자를 합성하는 단계를 포함하는, 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연 입자의 제조방법을 제공한다.

[0026] 또한, 본 발명의 다른 일 측면에서는,

[0027] 수용액에 침지된 아연 소스에 1000 nm 내지 1100 nm 파장의 펄스레이저를 조사하여 산화아연 콜로이드 입자를 형성하는 단계; 및

[0028] 상기 형성된 산화아연 콜로이드 입자를 우레아를 포함하는 수용액에 첨가하고 500 nm 내지 600 nm의 펄스레이저를 조사하여 질소 도핑된 산화아연 입자를 합성하는 단계를 포함하는, 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연 입자의 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

[0030] 본 발명의 펄스레이저 공정을 이용한 질소 도핑된 산화아연 입자의 제조방법은 질소 공급원으로 우레아를 포함하고 특정 조건의 펄스레이저를 두 차례 조사함으로써, 친환경적으로 비용과 시간을 절약하여 질소가 도핑된 산화아연을 제조할 수 있는 효과가 있다. 또한, 우레아의 농도를 조절하지 않고도 두 차례의 간단한 펄스레이저 공정을 통해 질소가 도핑되는 산화아연의 양을 제어할 수 있는 장점이 있다. 또한, 본 발명에 따라 제조되는 질소 도핑된 산화아연은 가시광선에서 활성을 갖는 광촉매로서 우수한 효율을 갖는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0032] 도 1은 본 발명에 따른 펄스레이저 공정을 이용한 질소 도핑된 산화아연의 제조방법을 나타낸 개념도이다.

도 2a는 본 발명의 실시예 1에 따라 제조된 질소 도핑된 산화아연 입자의 X-선 회절(XRD, X-ray Diffraction) 분석 결과를 나타낸 것이고, 도 2b는 본 발명의 실시예 2에 따라 제조된 질소 도핑된 산화아연 입자의 X-선 회절 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 3a는 본 발명의 실시예 1에 따라 제조된 질소 도핑된 산화아연 입자에 대해 취득된 라만 스펙트럼을 나타낸 것이고 3b는 본 발명의 실시예 2에 따라 제조된 질소 도핑된 산화아연 입자에 대해 취득된 라만 스펙트럼을 나

타낸 것이다.

도 4는 본 발명의 실시예 2에 따라 제조된 질소 도핑된 산화아연 입자의 염료 로다민 B(Rh.B) 광촉매 분해반응 실험에 따른 UV-Vis 스펙트럼을 나타낸 것이다.

도 5는 본 발명의 비교예 1에 따라 제조된 질소 도핑된 산화아연 입자에 대해 수득 된 라만 스펙트럼을 나타낸 것이다.

도 6는 비교예 1 및 실시예 2의 라만 스펙트럼을 비교한 그래프이다.

도 7은 본 발명의 실시예 3에 따라 제조된 질소 도핑된 산화아연 입자에 대해 수득 된 라만 스펙트럼을 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0033] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.
- [0035] 본 발명은 여러 변경을 가할 수 있으며 이에 따라 다양한 실시예가 나올 수 있는 바, 특정 실시예를 하단에 제시하고 상세하게 설명하고자 한다.
- [0036] 또한 특별히 정의가 되지 않은 본 명세서의 모든 용어들은 본 발명이 속하는 기술분야의 통상적인 지식을 가진 자 모두에게 이해가 가능한 의미로 사용할 수 있을 것이다. 그러나 이는 본 발명은 하단에 기술될 특정한 실시예에만 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변경, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다. 따라서 본 명세서에 기재된 실시예와 다른 균등물과 변형 예들이 있을 수 있으며, 본 명세서에서 제시하는 실시예는 가장 바람직한 실시예 일뿐이다.
- [0037] 나아가, 명세서 전체에서 어떤 구성요소를 "포함"한다는 것은 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있다는 것을 의미한다.
- [0039] 본 발명의 일 측면에서는
- [0040] 우레아를 포함하는 수용액에 침지된 아연 소스에 1000 nm 내지 1100 nm 파장의 펄스레이저를 조사하여 산화아연 콜로이드를 형성하는 단계;
- [0041] 상기 산화아연 콜로이드가 형성된 용액에 500 nm 내지 600 nm의 펄스레이저를 조사하여 질소 도핑된 산화아연 입자를 합성하는 단계를 포함하는, 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연의 제조방법을 제공한다.
- [0043] 이하, 본 발명의 일 측면에서 제공되는 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연의 제조방법을 각 단계별로 상세히 설명한다.
- [0045] 본 발명의 일 측면에서 제공되는 방법은 우레아를 포함하는 수용액에 침지된 아연 소스에 1000 nm 내지 1100 nm 파장의 펄스레이저를 조사하여 산화아연 콜로이드를 형성하는 단계를 포함한다.
- [0046] 상기 단계에서의 펄스레이저는 특히 용액상 펄스 레이저 어블레이션(Pulsed Laser Ablation in Liquid)에 해당한다.
- [0047] 상기 펄스레이저 어블레이션은 강력한 파워와 에너지를 가진 레이저를 조사할 수 있는 바, 수용액 내에 있는 아연 소스에 레이저를 조사함으로써, 아연 소스 표면으로 높은 온도와 압력에 의한 플라즈마 플룸(plume)이 발생하며, 상기 플룸 안에서 짧은 시간 동안 반응을 거친 후 나노입자가 형성된다.
- [0048] 상기 단계의 펄스레이저 조사를 통하여 주로 산화아연 콜로이드 입자가 형성되나, 수용액에 포함된 우레아로 인하여 소량으로 질소가 도핑된 산화아연 콜로이드 입자가 형성될 수 있고, 또한 부분적으로 산화되지 않은 아연 콜로이드 입자가 형성될 수 있다.

- [0050] 상기 아연 소스는 바람직하게는 아연 금속일 수 있다.
- [0051] 상기 우레아는 전체 용액의 0.01M 내지 1M의 농도를 이루도록 포함될 수 있으나, 이에 제한되지 않는다. 일 실시예에서 상기 우레아는 전체 용액의 0.05M의 농도로 첨가될 수 있다.
- [0052] 상기 우레아가 포함된 농도가 1M를 초과하면 더 많은 질소를 도핑 시킬 수도 있으나, 질소의 도핑 양과 광촉매 효율이 비례하는 것은 아니므로, 광촉매 효율을 극대화 할 수 있도록 적절한 농도의 우레아 수용액을 사용하여 질소 도핑 농도를 조절할 필요가 있다.
- [0053] 또한, 본 발명의 질소 공급원으로 사용된 우레아는 환경 오염을 일으키는 물질이 아니고, 기존의 합성법과 달리 본 발명은 질소 도핑 아연 제조시 별도의 다른 환경오염물질이 첨가 또는 형성되지 않아 친환경적이라는 장점이 있다.
- [0055] 상기 단계에서 조사되는 펄스레이저의 파장은 1000 nm 내지 1100 nm의 범위이며, 일 실시예에서 상기 펄스레이저의 파장은 1064nm 일 수 있다.
- [0056] 파장이 1000 nm 미만인 경우 높은 에너지에 의해 입자의 응집 현상이 발생할 수 있는 발생할 수 있다. 1100nm를 초과하는 경우 산화아연 콜로이드 입자 형성이 저조한 문제점이 발생할 수 있다.
- [0058] 또한, 상기 펄스레이저의 파워는 50 내지 150 mJ/cm² 일 수 있고, 바람직하게는, 50 내지 130 mJ/cm² 일 수 있고, 바람직하게는 70 mJ/cm² 내지 120 mJ/cm² 일 수 있고, 바람직하게는 70 mJ/cm² 내지 100 mJ/cm² 일 수 있고, 더욱 바람직하게는 80 mJ/cm² 내지 100 mJ/cm² 일 수 있다.
- [0059] 상기 펄스레이저의 파워가 50 mJ/cm² 미만인 경우 고출력의 에너지를 확보하지 못해 산화아연 콜로이드 입자 형성이 저조한 문제가 있을 수 있고, 상기 펄스레이저의 파워가 150 mJ/cm² 를 초과하는 경우에는 입자가 응집되는 문제가 발생할 수 있다.
- [0061] 또한, 상기 펄스레이저의 조사는 10 분 내지 1 시간 동안 수행되는 것일 수 있다. 만약, 상기 펄스레이저의 조사 시간이 10 분 미만인 경우에는 생성되는 산화아연 콜로이드 입자의 양이 충분하지 않는 문제가 발생할 수 있고, 상기 펄스레이저의 조사 시간이 1 시간을 초과하는 경우에는 그 이상의 에너지를 조사하더라도 산화아연 콜로이드 입자 형성이 증가하지 않아 불필요한 에너지를 소모하게 되는 문제가 발생할 수 있고, 과도한 에너지 공급으로 반응기가 손상되는 문제가 있을 수 있다.
- [0062] 일 실시예에서, 상기 산화아연 콜로이드 형성 단계에서 파장 1064 nm의 펄스레이저가 90 mJ/cm²의 파워로 30분 동안 조사될 수 있다.
- [0064] 본 발명의 일 측면에서 제공되는 방법은 상기 산화아연을 포함하는 콜로이드가 생성된 우레아를 포함한 수용액에 500 nm 내지 600 nm의 펄스레이저를 조사하여 질소가 도핑된 산화아연 입자를 합성하는 단계를 포함한다.
- [0065] 상기 단계는 질소 공급원이 되는 우레아가 포함되고 상기 산화아연 콜로이드가 생성된 수용액에 펄스레이저를 조사하여 질소가 도핑 되도록 하여, 질소 도핑된 산화아연 입자를 합성하는 단계이다.
- [0067] 상기 단계에서 조사되는 펄스레이저의 파장은 500 nm 내지 600 nm의 범위이며, 일 실시예에서 상기 펄스레이저의 파장은 532 nm 일 수 있다.
- [0068] 상기 펄스레이저의 파장이 500 nm 미만인 경우 낮은 파장의 높은 에너지에 의해 질소가 과도하게 도핑되거나 입자가 응집되는 문제가 발생할 수 있고, 600 nm를 초과하는 경우 질소 도핑이 저조한 문제가 발생할 수 있다.
- [0070] 상기 단계에서 펄스레이저의 파워는 50 mJ/cm² 내지 150 mJ/cm² 일 수 있고, 바람직하게는, 50 내지 130 mJ/cm² 일 수 있고, 바람직하게는 70 mJ/cm² 내지 120 mJ/cm² 일 수 있고, 바람직하게는 70 mJ/cm² 내지 110 mJ/cm² 일 수 있

고, 더욱 바람직하게는 80 mJ/cm^2 내지 110 mJ/cm^2 일 수 있고, 가장 바람직하게는 90 mJ/cm^2 내지 110 mJ/cm^2 일 수 있다.

- [0071] 상기 펄스레이저의 파워가 50 mJ/cm^2 미만인 경우 고출력의 에너지를 확보하지 못해 질소가 도핑된 산화아연 입자 합성이 저조한 문제가 있을 수 있고, 상기 펄스레이저의 파워가 150 mJ/cm^2 를 초과하는 경우에는 입자의 응집으로 비표면적이 감소하는 문제가 발생할 수 있다.
- [0073] 상기 단계에서, 펄스레이저의 조사는 10 분 내지 1 시간 동안 수행되는 것일 수 있다. 만약, 상기 펄스레이저의 조사 시간이 10 분 미만인 경우에는 생성되는 질소가 도핑된 산화아연 입자의 양이 충분하지 않는 문제가 발생할 수 있고, 상기 펄스레이저의 조사 시간이 1 시간을 초과하는 경우에는 그 이상의 에너지를 조사하더라도 질소 도핑된 산화아연 형성이 증가하지 않아 불필요한 에너지를 소모하게 되는 문제가 발생할 수 있고, 과도한 에너지 공급으로 반응기가 손상되는 문제가 있을 수 있다.
- [0075] 일 실시예에서, 상기 질소 도핑된 산화아연의 합성단계에서 파장 532nm의 펄스레이저가 100 mJ/cm^2 의 파워로 30 분 동안 조사될 수 있다.
- [0077] 본 발명의 일 측면에서 제공되는 방법은 합성된 질소 도핑된 산화아연 입자를 세척한 후 열처리하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0078] 상기 세척은 합성 과정 중의 불순물을 제거하기 단계로, 일 실시예에서 증류수(DI water)로 수행될 수 있다.
- [0079] 상기 열처리는 세척된 입자를 건조하고, 질소가 도핑된 산화 아연을 결정화하기 위한 단계이다. 광촉매로서 활용하는 경우, 상기 산화아연의 결정성이 떨어지면, 효율을 극대화하기 어려운 문제가 발생할 수 있다.
- [0080] 본 발명의 펄스레이저 공정을 통해 질소가 도핑된 산화아연 외에 일부 질소가 도핑된 아연 콜로이드가 생성될 수 있는데, 열처리(calcination)를 통하여 아연을 산화아연으로 변환되도록 한다.
- [0082] 일 실시예에서, 상기 합성된 입자의 세척은 증류수로 수행될 수 있다.
- [0083] 상기 열처리는 300°C 내지 700°C 의 온도로 수행되는 것일 수 있고, 바람직하게는 400°C 내지 600°C 의 온도로 수행될 수 있다. 상기 열처리 온도가 300°C 미만인 경우에는 아연이 산화아연으로 완전히 변환되지 않는 문제가 있을 수 있고, 상기 열처리 온도가 700°C 를 초과하는 경우에는 입자의 응집으로 비표면적이 감소하는 문제가 발생할 수 있다.
- [0085] 상기 열처리는 30 분 내지 3 시간 이상 수행되는 것일 수 있고, 바람직하게는 45분 내지 2시간 동안 수행되는 것일 수 있다. 상기 열처리 시간이 30분 미만인 경우에는 아연이 산화아연으로 완전히 변환되지 않는 문제가 있을 수 있고, 상기 열처리 시간이 3시간을 초과하는 경우 입자의 응집으로 비표면적이 감소하는 문제가 발생할 수 있습니다.
- [0086] 일 실시예에서 상기 열처리는 500°C 의 온도로 1시간 동안 수행될 수 있다.
- [0088] 본 발명의 일 측면에서 제공되는 펄스레이저 공정을 이용한 질소 도핑된 산화아연 제조방법은 질소 공급원으로 우레아를 포함하고 특정 조건의 펄스레이저를 두 차례 조사함으로써, 비용과 시간을 절약하여 질소가 도핑된 산화아연을 제조할 수 있다.
- [0089] 또한 우레아 이외의 다른 화학물질을 사용하지 않아 친환경적으로 합성이 가능하고, 우레아의 농도를 조절하지 않고도 질소가 도핑된 산화 아연의 양을 개선할 수 있는 장점이 있다.
- [0090] 또한, 제조된 산화아연 입자는 가시광선 영역에서 활성을 나타내는 효과가 있고, 광촉매로 이용하여 환경오염물질 분해 등에 활용할 수 있어 더욱 친환경적인 장점이 있다.

- [0092] 본 발명의 다른 일 측면에서는,
- [0093] 수용액에 침지된 아연 소스에 1000 nm 내지 1100 nm 파장의 펄스레이저를 조사하여 산화아연 콜로이드 입자를 형성하는 단계; 및
- [0094] 상기 형성된 산화아연 콜로이드 입자를 우레아를 포함하는 수용액에 첨가하고 500 nm 내지 600 nm의 펄스레이저를 조사하여 질소 도핑된 산화아연 입자를 합성하는 단계를 포함하는, 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연 입자의 제조방법을 제공한다.
- [0096] 이하, 본 발명의 일 측면에서 제공되는 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연 입자의 제조방법을 각 단계별로 상세히 설명한다.
- [0098] 본 발명의 다른 일 측면에서 제공되는 방법은 수용액에 침지된 아연 소스에 1000 nm 내지 1100 nm 파장의 펄스레이저를 조사하여 산화아연 콜로이드 입자를 형성하는 단계를 포함한다.
- [0099] 상기 단계에서의 펄스레이저는 특히 용액상 펄스 레이저 어블레이션(Pulsed Laser Ablation in Liquid)에 해당한다.
- [0100] 상기 펄스레이저 어블레이션은 강력한 파워와 에너지를 가진 레이저를 조사할 수 있는 바, 수용액 내에 있는 아연 소스에 레이저를 조사함으로써, 아연 소스 표면으로 높은 온도와 압력에 의한 플라즈마 플룸(plume)이 발생하며, 상기 플룸 안에서 짧은 시간 동안 반응을 거친 후 나노입자가 형성된다.
- [0101] 상기 아연 소스는 바람직하게는 아연 금속일 수 있다.
- [0102] 상기 단계의 펄스레이저 조사를 통하여 주로 산화아연 콜로이드 입자가 형성되나, 부분적으로 산화되지 않은 아연 콜로이드 입자가 형성될 수도 있다.
- [0104] 상기 단계에서 조사되는 펄스레이저의 파장은 1000 nm 내지 1100 nm의 범위이며, 일 실시예에서 상기 펄스레이저의 파장은 1064nm 일 수 있다.
- [0105] 파장이 1000 nm 미만인 경우 높은 에너지에 의해 입자의 응집 현상이 발생할 수 있는 발생할 수 있다. 1100nm를 초과하는 경우 산화아연 콜로이드 입자 형성이 저조한 문제점이 발생할 수 있다.
- [0107] 또한, 상기 펄스레이저의 파워는 50 mJ/cm² 내지 150 mJ/cm² 일 수 있고, 바람직하게는, 50 mJ/cm² 내지 130 mJ/cm² 일 수 있고, 바람직하게는 70 mJ/cm² 내지 120 mJ/cm² 일 수 있고, 바람직하게는 70 mJ/cm² 내지 100 mJ/cm² 일 수 있고, 더욱 바람직하게는 80 mJ/cm² 내지 100 mJ/cm² 일 수 있다.
- [0108] 상기 펄스레이저의 파워가 50 mJ/cm² 미만인 경우 고출력의 에너지를 확보하지 못해 산화아연 콜로이드 입자 형성이 저조한 문제가 있을 수 있고, 상기 펄스레이저의 파워가 150 mJ/cm² 를 초과하는 경우에는 입자가 응집되는 문제가 발생할 수 있다.
- [0110] 또한, 상기 펄스레이저의 조사는 10 분 내지 1 시간 동안 수행되는 것일 수 있다. 만약, 상기 펄스레이저의 조사 시간이 10 분 미만인 경우에는 생성되는 산화아연 콜로이드 입자의 양이 충분하지 않는 문제가 발생할 수 있고, 상기 펄스레이저의 조사 시간이 1 시간을 초과하는 경우에는 그 이상의 에너지를 조사하더라도 산화아연 콜로이드 입자 형성이 증가하지 않아 불필요한 에너지를 소모하게 되는 문제가 발생할 수 있고, 과도한 에너지 공급으로 반응기가 손상되는 문제가 있을 수 있다.
- [0111] 일 실시예에서, 상기 산화아연 콜로이드 형성 단계에서 파장 1064 nm의 펄스레이저가 90 mJ/cm²의 파워로 30분 동안 조사될 수 있다.

- [0113] 본 발명의 다른 일 측면에서 제공되는 방법은 상기 형성된 산화아연 콜로이드 입자를 우레아를 포함하는 수용액에 첨가하고 500 nm 내지 600 nm의 펄스레이저를 조사하여 질소가 도핑된 산화아연 입자를 합성하는 단계를 포함한다.
- [0114] 상기 단계는 산화아연 콜로이드 입자 및 질소 공급원이 되는 우레아가 포함되는 생성된 수용액에 펄스레이저를 조사하여, 산화아연 콜로이드 입자에 질소가 도핑되도록 하여, 질소 도핑된 산화아연 입자를 합성하는 단계이다.
- [0115] 일 실시예에서, 상기 단계는 상기 산화아연 콜로이드 입자가 형성된 수용액에서 용매를 제거한 뒤 우레아를 포함하는 수용액을 첨가하여 수행될 수 있다.
- [0116] 일 실시예에서, 상기 산화아연 콜로이드 입자가 형성된 수용액에서 용액의 제거는 원심분리를 이용하여 수행될 수 있고, 이후 우레아를 포함하는 수용액을 첨가한 뒤 분리된 콜로이드 입자를 재분산시킬 수 있다.
- [0118] 상기 우레아는 전체 용액의 0.01M 내지 1M의 농도를 이루도록 포함될 수 있으나, 이에 제한되지 않는다. 일 실시예에서 상기 우레아는 전체 용액의 0.05M의 농도로 포함될 수 있다.
- [0119] 상기 우레아가 포함된 농도가 1M를 초과하면 더 많은 질소를 도핑시킬 수도 있으나, 질소의 도핑 양과 광촉매 효율이 비례하는 것은 아니므로, 광촉매 효율을 극대화할 수 있도록 적절한 농도의 우레아를 포함하는 수용액을 사용하여 질소 도핑 농도를 조절할 필요가 있다.
- [0120] 또한, 본 발명의 질소 공급원으로 사용된 우레아는 환경 오염을 일으키는 물질이 아니고, 기존의 합성법과 달리 본 발명은 질소 도핑 아연 제조시 별도의 다른 환경오염물질이 첨가 또는 형성되지 않아 친환경적이라는 장점이 있다.
- [0122] 상기 단계에서 조사되는 펄스레이저의 파장은 500 nm 내지 600 nm의 범위이며, 일 실시예에서 상기 펄스레이저의 파장은 532 nm 일 수 있다.
- [0123] 상기 펄스레이저의 파장이 500 nm 미만인 경우 낮은 파장의 높은 에너지에 의해 질소가 과도하게 도핑되거나 입자가 응집되는 문제가 발생할 수 있고, 600 nm를 초과하는 경우 질소 도핑이 저조한 문제가 발생할 수 있다.
- [0125] 상기 단계에서 펄스레이저의 파워는 50 mJ/cm² 내지 150 mJ/cm² 일 수 있고, 바람직하게는, 50 내지 130 mJ/cm² 일 수 있고, 바람직하게는 70 mJ/cm² 내지 120 mJ/cm² 일 수 있고, 바람직하게는 70 mJ/cm² 내지 110 mJ/cm² 일 수 있고, 더욱 바람직하게는 80 mJ/cm² 내지 110 mJ/cm² 일 수 있고, 가장 바람직하게는 90 mJ/cm² 내지 110 mJ/cm² 일 수 있다.
- [0126] 상기 펄스레이저의 파워가 50 mJ/cm² 미만인 경우 고출력의 에너지를 확보하지 못해 질소가 도핑된 산화아연 입자 합성이 저조한 문제가 있을 수 있고, 상기 펄스레이저의 파워가 150 mJ/cm² 를 초과하는 경우에는 입자의 응집으로 비표면적이 감소하는 문제가 발생할 수 있다.
- [0128] 상기 단계에서, 펄스레이저의 조사는 10 분 내지 1 시간 동안 수행되는 것일 수 있다. 만약, 상기 펄스레이저의 조사 시간이 10 분 미만인 경우에는 생성되는 질소가 도핑된 산화아연 입자의 양이 충분하지 않는 문제가 발생할 수 있고, 상기 펄스레이저의 조사 시간이 1 시간을 초과하는 경우에는 그 이상의 에너지를 조사하더라도 질소 도핑된 산화아연 형성이 증가하지 않아 불필요한 에너지를 소모하게 되는 문제가 발생할 수 있고, 과도한 에너지 공급으로 반응기가 손상되는 문제가 있을 수 있다.
- [0130] 일 실시예에서, 상기 질소 도핑된 산화아연의 합성단계에서 파장 532nm의 펄스레이저가 100 mJ/cm²의 파워로 30 분 동안 조사될 수 있다.
- [0132] 본 발명의 일 측면에서 제공되는 방법은 합성된 질소 도핑된 산화아연 입자를 세척한 후 열처리하는 단계를 더

포함할 수 있다.

- [0133] 상기 세척은 합성 과정 중의 불순물을 제거하기 단계로, 일 실시예에서 증류수(DI water)로 수행될 수 있다.
- [0134] 상기 열처리는 세척된 입자를 건조하고, 질소가 도핑된 산화 아연을 결정화하기 위한 단계이다. 광촉매로서 활용하는 경우, 상기 산화아연의 결정성이 떨어지면, 효율을 극대화하기 어려운 문제가 발생할 수 있다.
- [0135] 본 발명의 펄스레이저 공정을 통해 질소가 도핑된 산화아연 외에 일부 질소가 도핑된 아연 콜로이드가 생성될 수 있는데, 열처리(calcination)를 통하여 아연을 산화아연으로 변환되도록 한다.
- [0137] 일 실시예에서, 상기 합성된 입자의 세척은 증류수로 수행될 수 있다.
- [0138] 상기 열처리는 300℃ 내지 700℃의 온도로 수행되는 것일 수 있고, 바람직하게는 400℃ 내지 600℃의 온도로 수행될 수 있다. 상기 열처리 온도가 300℃ 미만인 경우에는 아연이 산화아연으로 완전히 변환되지 않는 문제가 있을 수 있고, 상기 열처리 온도가 700℃를 초과하는 경우에는 입자의 응집으로 비표면적이 감소하는_한 문제가 발생할 수 있다.
- [0140] 상기 열처리는 30 분 내지 3 시간 이상 수행되는 것일 수 있고, 바람직하게는 45분 내지 2시간 동안 수행되는 것일 수 있다. 상기 열처리 시간이 30분 미만인 경우에는 아연이 산화아연으로 완전히 변환되지 않는 문제가 있을 수 있고, 상기 열처리 시간이 3시간을 초과하는 경우 입자의 응집으로 비표면적이 감소하는 문제가 발생할 수 있습니다.
- [0141] 일 실시예에서 상기 열처리는 500 ℃의 온도로 1시간 동안 수행될 수 있다.
- [0144] 본 발명의 또 다른 일 측면에서는,
- [0145] 본 발명 일 측면에서 제공되는 방법 또는 본 발명의 다른 일 측면에서 제공되는 방법으로 제조된 질소 도핑된 산화아연 입자를 제공한다.
- [0147] 상기 질소가 도핑된 산화아연 나노입자는 가시광선 영역에서 활성을 갖는 것일 수 있다.
- [0148] 일 실시예에서, 본 발명에 따라 제조된 질소 도핑된 산화아연 나노입자는 가시광선 영역 활성을 갖는 광촉매로 이용될 수 있다.
- [0150] 본 발명에 따르면, 질소 공급원으로 우레아를 포함하고 특정 조건의 펄스레이저를 두 차례 조사함으로써, 친환경적으로 비용과 시간을 절약하여 질소가 도핑된 산화아연을 제조할 수 있는 효과가 있다. 또한, 우레아의 농도를 조절하지 않고도 두 차례의 간단한 펄스레이저 공정을 통해 질소가 도핑되는 산화 아연의 양을 제어할 수 있는 장점이 있다. 또한, 본 발명에 따라 제조되는 질소 도핑된 산화아연은 가시광선에서 활성을 갖는 광촉매로서 우수한 효율을 갖는 효과가 있다.
- [0152] 이하, 실시예 및 실험예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 본 발명의 범위는 특정 실시예에 한정되는 것은 아니며, 첨부된 특허청구범위에 의하여 해석되어야 할 것이다. 또한, 이 기술분야에서 통상의 지식을 습득한 자라면, 본 발명의 범위에서 벗어나지 않으면서도 많은 수정과 변형이 가능함을 이해하여야 할 것이다.
- [0154] <실시예 1> 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연의 제조
- [0155] 1M의 우레아 용액을 준비하였다. 충분한 양의 아연 소스(>99%)를 준비한 1M의 우레아(Urea) 용액에 침지시켰다.

이후, 아연 소스를 표적으로 하여, 파장 1064nm의 펄스레이저(Nd: YAG Surelite-II)를 90mJ/cm²의 출력으로 30분 동안 조사하였다(PLA, Pulse laser Ablation).

[0156] 그 다음, 동일한 용액에 파장 532 nm의 펄스레이저를 100 mJ/cm²의 출력으로 30분 동안 조사하였다(PLI, Pulse laser Irradiation).

[0157] 이 후, 제조된 질소 도핑된 산화아연을 증류수(DI water)로 세척하고 오븐에서 1시간 동안 열처리(Calcination)하였다.

[0158] 최종적으로, 1.25 mg의 질소 도핑된 산화아연을 수득하였다.

[0160] 도 1은 본 발명의 실시예 1에 따른 펄스레이저 공정을 이용한 질소 도핑된 산화아연의 제조방법을 개념적으로 나타낸 것이다.

[0162] <실시예 2> 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연의 제조

[0163] 0.05M의 우레아 용액을 준비하였다. 충분한 양의 아연 소스를 0.05M의 우레아(Urea) 용액에 침지시켰다. 이후, 아연 소스를 표적으로 하여, 파장 1064nm의 펄스레이저(Nd: YAG Surelite-II)를 90 mJ/cm²의 출력으로 30분 동안 조사하였다.

[0164] 그 다음, 동일한 용액에 파장 532 nm의 펄스레이저를 100 mJ/cm²의 출력으로 30분 동안 조사하였다(PLI, Pulse laser Irradiation).

[0165] 이 후, 제조된 질소 도핑된 산화아연을 증류수(DI water)로 세척하고 오븐에서 1시간 동안 열처리(Calcination)하였다.

[0167] <실시예 3> 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연의 제조

[0168] 아연 소스를 물에 침지시킨 뒤, 아연 소스를 표적으로 하여, 파장 1064nm의 펄스레이저(Nd: YAG Surelite-II)를 90mJ/cm²의 출력으로 30분 동안 조사하였다.

[0169] 그 다음, 상기 용액을 원심분리(조건: 14000RPM, 10min, 5°C)하고, 분리된 산화아연 콜로이드 입자에 0.05M의 우레아 수용액을 첨가하여, 파장 532 nm의 펄스레이저를 100 mJ/cm²의 출력으로 30분 동안 조사하였다(PLI, Pulse laser Irradiation).

[0170] 이 후, 제조된 질소 도핑된 산화아연을 증류수(DI water)로 세척하고 오븐에서 1시간 동안 열처리(Calcination)하였다.

[0172] <비교예 1> 펄스레이저를 이용한 질소 도핑된 산화아연의 제조

[0173] 0.05M의 우레아 용액을 준비하였다. 충분한 양의 아연 소스를 0.05M의 우레아(Urea) 용액에 침지시켰다. 이후, 아연 소스를 표적으로 하여, 파장 1064nm의 펄스레이저(Nd: YAG Surelite-II)를 90 mJ/cm²의 출력으로 30분 동안 조사하였다(PLA, Pulse laser Ablation).

[0175] <실험예 1> X-선 회절 분석

[0176] 본 발명의 제조방법에 따라 펄스 레이저를 조사함으로써, 질소 도핑된 산화아연 입자를 제조할 수 있는지 확인하기 위하여, 실시예 1 및 2의 입자를 X선 회절 분석기(XRD)를 통해 분석하였으며, 그 결과를 도 2에 도시하였다.

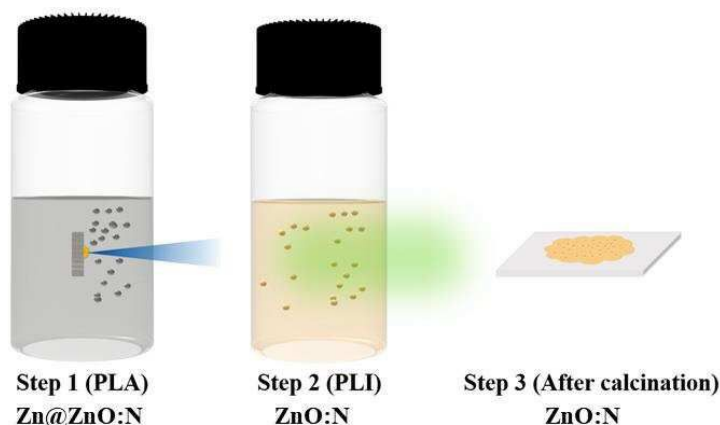
[0177] 도 2는 실시예 1 및 2에 따라 제조된 질소 도핑된 산화아연 나노입자의 X-선 회절(XRD, X-ray Diffraction) 분석 결과를 나타낸 것이다.

- [0179] 상기 도 2에 따르면, 기존 산화 아연의 XRD 결과와 비교하여 실시예 1 및 2의 입자는 보다 낮은 각도(angle) 쪽으로 약간의 피크의 이동이 관찰되었다.
- [0180] 펄스레이저를 이용한 실시예 1 및 2의 공정으로 질소 도핑된 산화아연이 제조되고 질소 도핑으로부터 격자 파라미터의 작은 변화가 유도된 결과로 확인된다.
- [0181] 따라서, 실시예 1 및 2에 따라 합성된 입자는 질소 도핑된 산화아연인 것을 알 수 있었다.
- [0183] <실험예 2> 라만 스펙트럼 분석
- [0184] 본 발명의 제조방법에 따라 펄스레이저를 조사하여 질소 도핑된 산화아연 입자가 합성되는지 확인하기 위하여, 실시예 1 내지 3 및 비교예 1의 입자를 대상으로 라만 스펙트럼을 분석하였으며, 그 결과를 도 3 및 도 5 내지 7에 도시하였다.
- [0186] 도 3a 및 3b는 본 발명의 실시예 1 및 실시예 2에 따라 합성된 입자에 대해 취득된 라만 스펙트럼을 나타낸 것이다.
- [0187] 도 7은 본 발명의 실시예 3에 따라 합성된 입자에 대해 취득된 라만 스펙트럼을 나타낸 것이다.
- [0188] 도 5는 본 발명의 비교예 1에 따라 합성된 입자에 대해 취득된 라만 스펙트럼을 나타낸 것이다.
- [0190] 상기 도 3에 따르면, 실시예 1, 2는 산화아연에 질소가 도핑 되었을 때 나타나는 276 cm^{-1} 에서의 특징적인 피크가 관찰되었다.
- [0191] 선행 연구에 따르면, 276 cm^{-1} 에서의 피크는 산화아연 격자에서 아연 원자에 가장 가까운 이웃한 산소 원자의 일부가 질소 원자로 대체된, 아연 원자의 국부적인 진동에 기인한 것으로 확인된다. 또한, 나머지 피크 또한 산화아연 격자에서 산소 부위에 질소 원자에 포함된 결과로 확인된다.
- [0192] 따라서, 실시예 1, 2의 입자는 질소가 도핑된 산화아연인 것을 알 수 있었다.
- [0194] 또한, 도 5 내지 도 7에 도시된 바와 같이, 마찬가지로 질소 도핑된 산화아연 입자에 기인하는 276 cm^{-1} 피크가 관찰되어, 비교예 1, 실시예 2 및 3 모두 질소 도핑된 산화아연이 합성되는 것을 알 수 있었다.
- [0196] 또한, 비교예 1과 실시예 2의 라만 스펙트럼을 비교한 도 6을 살펴보면, 상기 실시예 2의 276 cm^{-1} 피크가 더욱 크게 나타나는 바, 추가로 펄스레이저 조사 단계를 더 포함하는 실시예 2의 경우가 비교예 1보다 질소 도핑된 산화아연 입자의 수율이 더 높은 점이 확인되었다.
- [0197] 즉, 본 발명에 따르면, 두 차례의 펄스레이저 공정을 포함하여 질소 도핑되는 산화아연 입자의 제조 수율이 향상되는 효과 있음을 알 수 있다.
- [0199] <실험예 3> 염료 로다민B(Rh.B)의 광촉매 반응 실험
- [0200] 본 발명의 제조방법에 따라 펄스레이저를 조사하여 제조된 입자가 가시광선 영역에서 활성을 가지는 입자인지 확인하기 위하여, 다음과 같은 Xanthene 계열의 염료 로다민B의 광분해 실험을 진행하였다.
- [0201] 광분해 실험을 하기 위해, 먼저 5ppm의 로다민 B(Rh.B)의 흡광도를 측정하였다. 그 다음, 10mL의 로다민 B에 5mg의 실시예 2에서 제조된 입자 샘플을 첨가하고 실시예 2의 샘플에 로다민 B를 흡착시켰다. 더 이상 흡착이 일어나지 않아 흡광도가 낮아지지 않을 때까지 기다린 후(0min), 광분해 실험을 진행하였다.

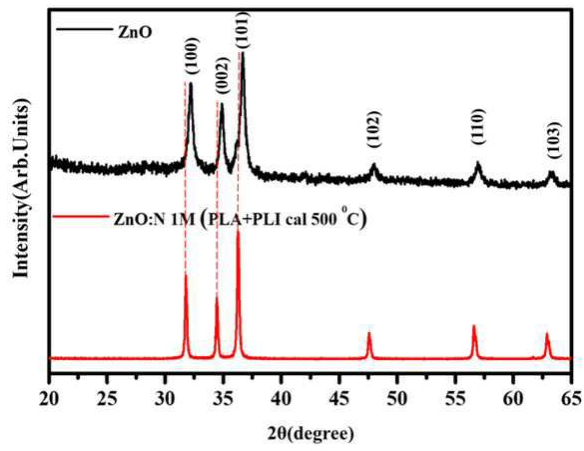
- [0202] 태양광 시뮬레이터로 빛을 조사한 뒤 염료 로다민B(Rh.B)이 분해 되는 동안 30분 간격으로 샘플을 취하여 UV-Vis 흡수 스펙트럼을 관찰하였다. 그 결과를 도 4에 도시하였다.
- [0203] 상기 염료는 일반적인 화학적 방법이나 미생물 처리에 의해 분해되기 어려워 중요 수질 오염 물질인 것으로 알려져 있고, 많은 연구에서 표준 염료로 널리 사용되고 있다.
- [0205] 도 4는 본 발명의 실시예 2에 따라 제조된 질소 도핑된 산화아연 나노입자의 염료 로다민 B(Rh.B) 광촉매 분해 반응 실험에 따른 UV-Vis 스펙트럼을 나타낸 것이다.
- [0206] 상기 도 4에 따르면, 광촉매가 첨가되지 않은 경우에는 550 nm 부근에서 1.0에 가까운 흡수 피크를 보이는 로다민 B의 흡수 스펙트럼의 큰 변화가 없었고, 2시간 내지 3시간 이후 약 5% 이하로 감소한 결과를 보였다. 즉, 단순히 가시광선만 조사한 경우, 염료 로다민 B의 광분해 현상이 미비하게 나타났다.
- [0208] 반면, 실시예 2의 입자가 첨가되어 흡착이 일어난 뒤 가시광선을 조사한 경우, 빛을 조사해주는 시간에 따라 로다민 B가 분해가 되는 것을 흡광도가 줄어드는 것을 통해 확인할 수 있었고 240 분에서 99%가 분해 되는 것을 확인하였다.
- [0209] 따라서, 본 발명의 실시예 2에서 제조된 입자가 로다민 B의 광분해를 촉진하도록 가시광선 영역에서 활성을 갖는 것을 확인하였다.
- [0211] 따라서, 본 발명의 실시예에 따르면 3.3eV의 넓은 밴드갭을 가져 자외선 영역 활성화되는 산화아연 입자에 질소를 도핑시켜, 가시광선 영역 활성 물질이 제조되는 것을 알 수 있다. 또한, 본 발명의 실시예 2에 따라 형성되는 질소가 도핑된 산화아연 입자는 광촉매 효율이 우수하게 나타나는 효과 있음을 알 수 있다.
- [0213] 이상, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시예를 설명하였지만, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명이 그 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예에는 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

도면

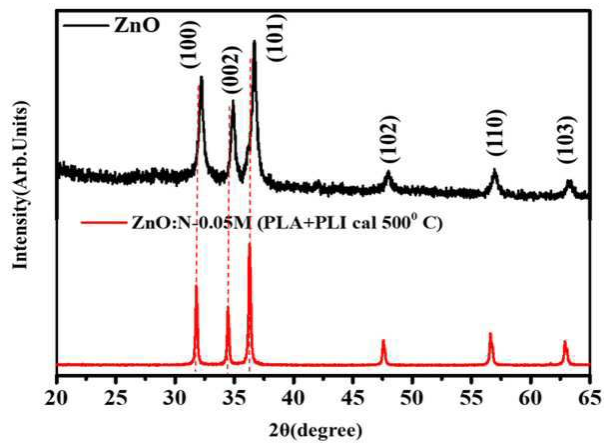
도면1



도면2

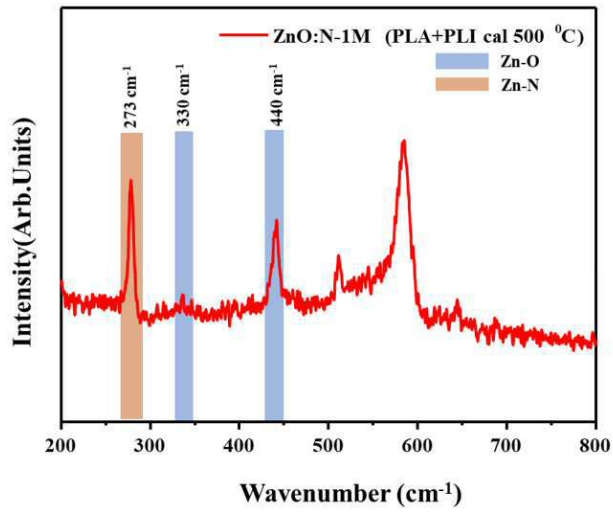


(a) 실시예 1

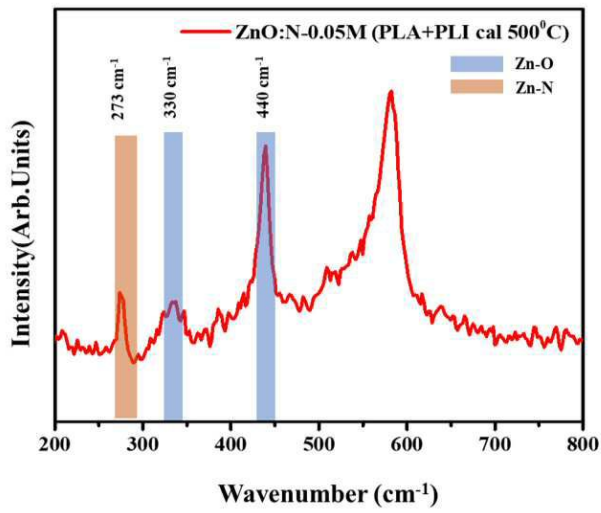


(b) 실시예 2

도면3

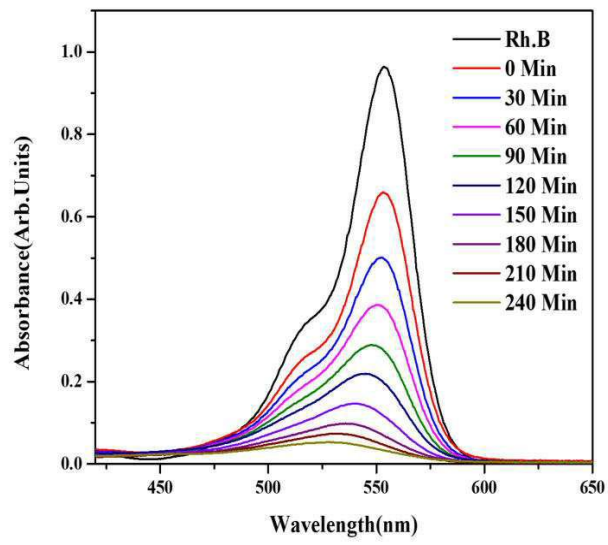


(a) 실시예 1

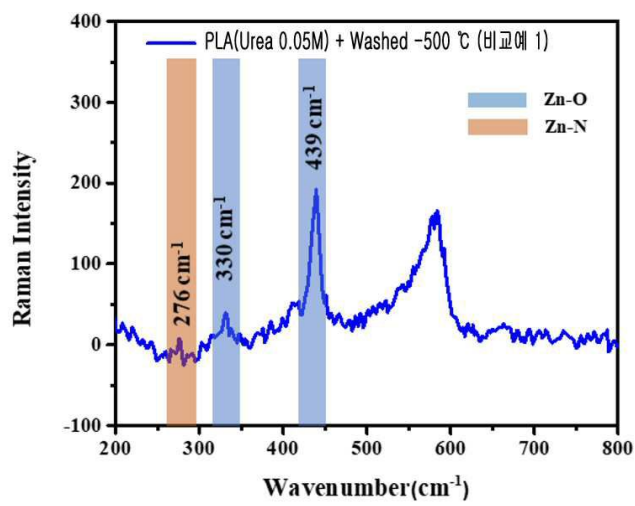


(b) 실시예 2

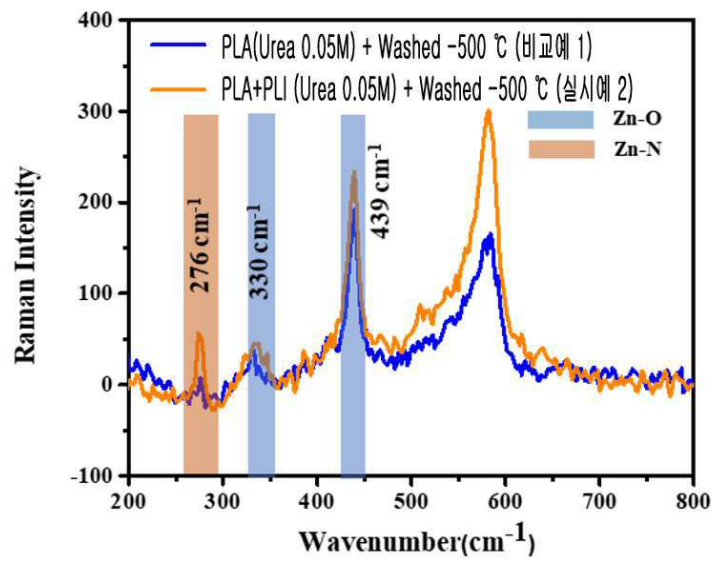
도면4



도면5



도면6



도면7

