(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0038576
(43) 공개일자 2013년04월18일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01G 23/00 (2006.01) *C01G 31/00* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2011-0103009
(22) 출원일자 2011년10월10일
심사청구일자 2011년10월10일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
박동화
서울 서초구 잠원동 65-32 신반포7차아파트 303동 204호
이무상
인천 남구 용현2동 동아아파트 1동 102호
(74) 대리인
이원희

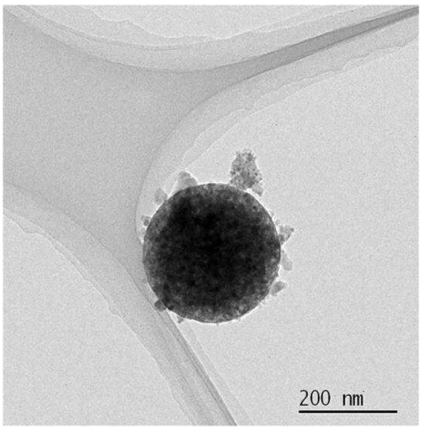
전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 **오산화바나듐(Ｖ２Ｏ５)이 코팅된 이산화티타늄(ＴＩＯ２)분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말**

(57) 요 약

본 발명은 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말에 관한 것으로, 상세하게는 액상의 사염화티타늄($TiCl_4$) 및 옥시염화바나듐($VOCl_3$)을 기화시킨 후, 열플라즈마 제트를 이용하여 티타늄(Ti) 및 바나듐(V)으로 분해하는 단계(단계 1); 상기 단계 1의 열플라즈마 제트 장치 내부로 반응가스를 주입하여 이산화티타늄(TiO_2) 및 오산화바나듐(V_2O_5)을 합성하는 단계(단계 2); 및 상기 단계 2에서 합성된 이산화티타늄 및 오산화바나듐을 급냉시켜 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말을 포집하는 단계(단계 3)를 포함하는 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말의 제조방법을 제공한다. 본 발명에 따른 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말은 열플라즈마 제트를 이용하여 나노 사이즈의 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2) 분말을 단시간 내에 합성할 수 있으며, 고온의 플라즈마를 이용함으로써 원료물질의 기화 및 분해가 용이하고, 공정효율이 좋으며, 공정조건의 제어가 쉬운 장점이 있다.

대 표 도 - 도4



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	43778-02
부처명	지식경제부
연구사업명	지역혁신센터(RIC) 사업 - 인하대학교 열플라즈마환경기술연구센터
연구과제명	열플라즈마에 의한 기상오염물질 처리공정
주관기관	인하대학교 산학협력단
연구기간	2011.03.01 ~ 2012.02.29

특허청구의 범위

청구항 1

액상의 사염화티타늄($TiCl_4$) 및 옥시염화바나듐($VOCl_3$)을 기화시킨 후, 열플라즈마 제트를 이용하여 티타늄(Ti) 및 바나듐(V)으로 분해하는 단계(단계 1);

상기 단계 1의 열플라즈마 제트 장치 내부로 반응가스를 주입하여 이산화티타늄(TiO_2) 및 오산화바나듐(V_2O_5)을 합성하는 단계(단계 2); 및

상기 단계 2에서 합성된 이산화티타늄 및 오산화바나듐을 급냉시켜 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말을 포집하는 단계(단계 3)를 포함하는 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 단계 1의 열플라즈마 제트는 아르곤, 질소 및 아르곤과 질소의 혼합가스로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종의 발생가스로부터 발생되는 것을 특징으로 하는 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 단계 1의 기화된 사염화티타늄 및 옥시염화바나듐은 0.5 ~ 5 : 1인 부피비율로 열플라즈마 제트 장치로 공급되는 것을 특징으로 하는 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 단계 2의 반응가스는 산소 가스인 것을 특징으로 하는 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말의 제조방법.

청구항 5

제1항의 제조방법으로 제조되어 구형의 이산화티타늄 입자 표면에 오산화바나듐이 코팅된 것을 특징으로 하는 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말.

청구항 6

제5항에 있어서, 상기 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말의 입경은 200 내지 300 nm인 것을 특징으로 하는 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 최근 휴대전화, 노트북 등 배터리가 요구되는 휴대 전자기기의 사용이 급증하면서 배터리의 지속시간이 증가된 고성능 에너지 저장매체가 요구되고 있다. 현재 휴대전화 등의 전자기기에 가장 보편적으로 사용되고 있는 리튬이온 배터리는 휴대 전자기기뿐만 아니라 다양한 전자분야에서 사용되고 있다. 이때, 상기 리튬이온 배터리의 전극물질로 사용되는 흑연은 낮은 용량 및 방전률이라는 한계를 지니고 있는데 이를 해결하기 위한 대체물질이 요구되고 있다.

[0003] 한편, 흑연의 대체물질로써 이산화티타늄 나노분말 등이 관심을 받고 있다. 상기 이산화티타늄(TiO_2) 나노분말은 구조적 특성, 표면 반응성, 경제성, 안정성, 상대적 친환경성 등의 특징이 있어 흑연을 대체하여 전극물질로 사용될 수 있고, 나아가 전기적 용량과 전극밀도의 향상을 위해 상기 이산화티타늄에 첨가물을 코팅하여 사용하기도 한다. 상기 첨가물 중 하나로 오산화바나듐(V_2O_5)이 있다. 상기 오산화바나듐을 이산화티타늄에 코팅함으로써, 이산화티타늄을 전극물질로 사용 시 전기전도도의 증가 등 배터리로서의 특성을 더욱 향상시킬 수 있어, 이에 대한 연구가 진행되고 있다.

[0004] 또한, 이산화티타늄과 오산화바나듐의 혼합물질은 배기가스의 질소산화물을 제거하는 용도로 사용될 수 있으며, 이산화티타늄과 오산화바나듐의 혼합물은 환원제인 암모니아와 반응시켜 무해한 물과 질소로 전환시켜 제거하는 선택적 촉매 환원 기술에 적용되고 있다.

[0005] 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄은 통상적으로 습식법을 통해 이산화티타늄 나노입자를 제조한 뒤, 오산화바나듐을 습식법으로 이산화 티타늄 표면에 흡착시킨 후 건조시키는 단계를 거쳐 제조되었다. 하지만 상기 제조방법은 여러단계의 제조공정을 수행하여야 하고, 습식법에 따른 후처리 공정이 요구되는 등 여러 가지 공정이 복합적으로 필요하여 연속공정으로 수행하기 어려운 문제가 있으며, 이에 따라 제조효율이 낮은 문제가 있다.

[0006] 일예로 대한민국 등록특허 제10-0314758호 (등록일 2001년 11월 01일)에서는 안료용 이산화티타늄을 제조하는 과정에 있어서, 메타티타닌산($TiO(OH)_2$)이 주성분인 슬러리 상태의 중간 생성물을 건조, 소성하여 제조한 후, 그 표면상에 오산화바나듐을 흡착법을 통해 흡착시킴으로써 제조되는 이산화티타늄의 담지체 위에 오산화바나듐의 양을 조절하여 담지시킨 오산화바나듐계 촉매 및 이의 제조방법이 개시된 바 있다.

[0007] 또한, 대한민국 공개특허 제10-2009-0075988호 (출원일 2009년 08월 18일)에서는 이산화티타늄을 담체로 오산화이바나듐을 담지한 하니컴형 촉매가 개시된 바 있으며, 상기 촉매를 이용하여 질소산화물을 제거할 수 있음이 나타내어진 바 있다.

[0008] 한편, 열플라즈마는 전자, 양성자, 중성자 등의 활성종이 혼재되어 있는 이온화기체로 수천K~수만K의 온도로 인하여 원료물질을 기화, 반응시킨 후 급냉을 통해 미립자를 얻는 공정과 유해가스를 분해하는 공정에 이용되고 있으며, 분위기가스의 조성에 따라 반응의 방향이 결정된다. 또한 플라즈마의 발생가스, 반응가스 및 퍼지가스의 주입을 통해 산화, 환원, 질화 분위기 등 다양한 반응조건을 형성할 수 있는 장점이 있다. 이와 같은 장점에 의하여 열플라즈마는 소재 생산 및 공정 분야와 폐기물 처리 환경 분야 등에 다양하게 이용된다.

[0009] 이에 본 발명자들은 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말을 빠르고 간단하게 제조할 수 있는 방법을 연구하던 중, 열플라즈마 제트를 이용하여 사염화티타늄과 옥시염화바나듐을 기화 및 분해시킨 후 이산화티타늄과 오산화바나듐으로 산화시킴으로써 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말을 종래의 제조방법보다 빠르고 간단하게 제조할 수 있는 방법을 개발하고, 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 본 발명의 목적은 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0011] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은

[0012] 액상의 사염화티타늄($TiCl_4$) 및 옥시염화바나듐($VOCl_3$)을 기화시킨 후, 열플라즈마를 이용하여 티타늄(Ti) 및 바나듐(V)으로 분해하는 단계(단계 1);

[0013] 상기 단계 1의 열플라즈마 장치 내부로 반응가스를 주입하여 이산화티타늄(TiO_2) 및 오산화바나듐(V_2O_5)을 합성하는 단계(단계 2); 및

[0014] 상기 단계 2에서 합성된 이산화티타늄 및 오산화바나듐을 급냉시켜 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말을 포집하는 단계(단계 3)를 포함하는 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말의 제조방법을 제공한다.

[0015] 또한, 본 발명은

[0016] 상기 제조방법으로 제조되어 구형의 이산화티타늄 입자 표면에 오산화바나듐이 코팅된 것을 특징으로 하는 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말을 제공한다.

발명의 효과

[0017] 본 발명에 따른 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말은 열플라즈마 제트를 이용하여 나노 사이즈의 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2) 분말을 단시간 내에 합성할 수 있으며, 고온의 플라즈마를 이용함으로써 원료물질의 기화 및 분해가 용이하고, 공정효율이 좋으며, 공정조건의 제어가 쉬운 장점이 있다. 또한, 상압조건에서 공정이 수행됨에 따라 연속공정이 가능한 효과가 있으며, 본 발명에 따른 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2) 분말은 리튬 이차전지의 전극물질로 사용되어 전극의 성능을 향상시킬 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0018] 도 1은 본 발명에 사용한 열플라즈마 제트 장치를 나타낸 개략도이고;

도 2는 본 발명에 따른 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2) 분말을 X-선 회절 분석한 그래프이고;

도 3은 본 발명에 따른 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2) 분말을 투과전자현미경(TEM)으로 관찰한 사진이고;

도 4는 본 발명에 따른 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2) 분말을 주사전자현미경(SEM)으로 관찰한 사진이고;

도 5는 본 발명에 따른 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2) 분말을 에너지 분산 분광 분석(EDS)한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0019] 본 발명은

[0020] 액상의 사염화티타늄($TiCl_4$) 및 옥시염화바나듐($VOCl_3$)을 기화시킨 후, 열플라즈마를 이용하여 티타늄(Ti) 및 바나듐(V)으로 분해하는 단계(단계 1);

[0021] 상기 단계 1의 열플라즈마 장치 내부로 반응가스를 주입하여 이산화티타늄(TiO_2) 및 오산화바나듐(V_2O_5)을 합성하는 단계(단계 2); 및

[0022] 상기 단계 2에서 합성된 이산화티타늄 및 오산화바나듐을 급냉시켜 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말을 포집하는 단계(단계 3)를 포함하는 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말의 제조방법을 제공한다.

[0023] 이하, 본 발명을 각 단계별로 상세히 설명한다.

[0024] 본 발명에 따른 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말의 제조방법에 있어서, 단계 1은 액상의 사염화티타늄($TiCl_4$) 및 옥시염화바나듐($VOCl_3$)을 기화시킨 후, 열플라즈마를 이용하여 티타늄(Ti) 및 바나듐(V)으로 분해하는 단계이다. 상기 단계 1의 기화는 블로워를 이용하여 수행될 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0025] 한편, 상기 열플라즈마(thermal plasma)는 직류 아크나 고주파 유도결합 방전을 이용하는 플라즈마 토치에서 발생시킨 전자, 이온, 원자 및 분자로 구성된 이온화 기체로, 수천에서 수만 K에 이르는 초고온인 고속 제트이다. 본 발명의 일실시형태에 있어서, 상기 열플라즈마 제트는 도 1에 나타낸 바와 같이, 규소와 이산화규소 혼합분말 또는 이산화규소 분말로 이루어진 펠렛을 용융 및 기화시키기 위한 열원을 공급하는 토치부(1); 상기 토치부(1)로 전원을 공급하는 전원공급장치(2); 기화된 사염화티타늄($TiCl_4$) 및 옥시염화바나듐($VOCl_3$)을 정확하게 주입하기 위한 유량조절기(mass flow controller, 3); 배출가스 처리를 위한 블로워(4); 액상의 사염화티타늄($TiCl_4$) 및 옥시염화바나듐($VOCl_3$)을 기화시키기 위한 블로워(blower, 5); 상기 토치부(1)로 플라즈마 발생가스를 공급하는 발생가스라인(6); 기화된 사염화티타늄($TiCl_4$) 및 옥시염화바나듐($VOCl_3$)을 공급하는 원료가스공급라인(7); 및 반응가스를 공급하는 반응가스라인(8)으로 구성되는 열플라즈마 장치를 이용하여 발생될 수 있다.

[0026] 상기 토치부(1)는 텅스텐 음극봉과 양극노즐을 사용하고, 상기 양극노즐과 음극봉 사이에 주입되는 플라즈마 발생가스에 의하여 플라즈마 제트가 발생된다. 또한, 토치부(1)를 열플라즈마로 인한 고온의 열로부터 보호하기 위하여 음극봉과 양극노즐은 모두 수냉식으로 냉각되며, 반응기는 스테인리스 이중관으로 되어 있다.

[0027] 한편, 기화된 사염화티타늄 및 옥시염화바나듐은 0.5 ~ 5 : 1인 부피비율로 열플라즈마 제트 장치로 공급되는 것이 바람직하다. 기화된 사염화티타늄 및 옥시염화바나듐이 상기 범위를 벗어나는 비율로 열플라즈마 제트 장치로 공급되는 경우 오산화바나듐이 이산화티타늄의 표면에 잘 흡착되지 않아 본 발명에 따른 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말을 제조할 수 없는 문제가 있다.

[0028] 상기 초고온의 열플라즈마를 이용함으로써 상기 단계 1의 액상의 사염화티타늄($TiCl_4$) 및 옥시염화바나듐($VOCl_3$)을 단시간 내에 티타늄(Ti) 및 바나듐(V)으로 분해시킬 수 있으며, 이때 상기 단계 1에서 열플라즈마를 발생시키기 위한 열플라즈마 발생가스로는 아르곤, 질소 또는 아르곤과 질소의 혼합가스 등이 이용될 수 있으며, 아르곤과 질소의 혼합가스를 이용하는 것이 바람직하다. 상기 아르곤은 8족 불활성 원소로서 다른 반응가스와 반응하지 않고 비교적 적은 에너지에 의해 전자의 방출이 용이하며, 상기 질소는 이원자 분자로써 질소 원소로 분해되었다가 다시 질소분자가 되는 재결합 과정에서 발생하는 반응열로 사염화티타늄과 옥시염화바나듐의 기화에 충분한 열을 제공할 수 있다. 따라서, 단계 1의 열플라즈마 제트 발생가스로써 아르곤과 질소의 혼합가스를 사용하여 부산물 생성의 방지 및 더욱 고온의 열플라즈마를 발생시킬 수 있다.

[0029] 본 발명에 따른 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말의 제조방법에 있어서, 단계 2는 상기 단계 1의 열플라즈마 장치 내부로 반응가스를 주입하여 이산화티타늄(TiO_2) 및 오산화바나듐(V_2O_5)을 합성하는 단계이다. 이때,

상기 단계 2의 반응가스는 산소가 이용되며, 단계 1에서 열플라즈마에 의해 사염화티타늄($TiCl_4$) 및 옥시염화바나듐($VOCl_3$)이 분해됨으로써 생성된 티타늄(Ti)과 바나듐(V)이 상기 반응가스와의 반응에 의하여 티타늄은 이산화티타늄(TiO_2)으로, 바나듐은 오산화바나듐(V_2O_5)으로 산화된다. 이때, 반응가스인 산소의 유량이 3 L/min 이상으로 주입하는 것이 바람직하다. 만약, 반응가스인 산소가 3 L/min 미만의 유량으로 주입되는 경우에는 티타늄 및 바나듐의 산화 반응이 일어나기에 충분한 산소가 공급되지 않아 결정성이 떨어지는 문제가 있다.

[0030] 본 발명에 따른 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말의 제조방법에 있어서, 단계 3은 상기 단계 2에서 합성된 이산화티타늄 및 오산화바나듐을 급냉시켜 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말을 포집하는 단계이다. 상기 단계 3의 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말의 포집은 고온 기상상태인 이산화티타늄과 오산화바나듐을 급냉시켜 분말화함으로써 수행될 수 있으며, 이때 상기 급냉은 15 내지 25 ℃의 온도인 냉각수로 기상상태인 이산화티타늄과 오산화바나듐을 냉각시킴으로써 수행될 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 급냉을 통하여 표면에 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2) 분말을 포집할 수 있으며, 기상상태인 이산화티타늄과 오산화바나듐을 냉각수로 급랭함으로써, 이산화티타늄과 오산화바나듐의 입자 성장을 방지하여 이산화티타늄 표면에 오산화바나듐이 코팅된 나노분말을 포집할 수 있다.

[0031] 이때, 단계 3에서 포집된 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말의 입경은 200 내지 300 nm 인 것이 바람직하나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0032] 본 발명에 따른 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말의 제조방법에서 초고온의 열플라즈마를 이용하여 원료물질인 사염화티타늄($TiCl_4$) 및 옥시염화바나듐($VOCl_3$)을 분해하고, 상기 분해를 통해 생성된 티타늄과 바나듐을 이산화티타늄과 오산화바나듐으로 산화시켜 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말을 제조하는 것은 종래의 여러 단계를 거쳐 이산화티타늄을 제조한 후, 추가적으로 오산화바나듐을 제조하는 공정을 수행한 것과 비교하여 매우 간단하고 빠르게 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말을 제조할 수 있다.

[0033] 또한, 본 발명은

[0034] 상기 제조방법으로 제조되어 구형의 이산화티타늄 입자 표면에 오산화바나듐이 코팅된 것을 특징으로 하는 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말을 제공한다.

[0035] 본 발명에 따른 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말은 구조적 특성, 표면 반응성, 경제성, 안정성, 상대적 친환경성 등의 특징으로 인하여 리튬이차전지에서 흑연을 대체하여 전극물질로 사용될 수 있으며, 이를 통해 리튬이차전지의 용량 및 전극밀도를 증가시킬 수 있어 종래의 리튬이차전지보다 더욱 우수한 이차전지를 제조할 수 있다.

[0036] 또한, 본 발명에 따른 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말은 배기가스의 질소산화물을 제거하는 선택적 촉매로 사용될 수 있으며, 이를 통해 환경오염 문제를 해소할 수 있는 효과가 있다.

[0037] 이하, 본 발명을 실시예를 통해 보다 구체적으로 설명한다. 그러나, 하기 실시예는 본 발명을 설명하기 위한 것일 뿐, 하기 실시예에 의하여 본 발명의 권리범위가 한정되는 것은 아니다.

[0038] <실시예 1> 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말의 제조 1

[0039] 도 1에 나타낸 직류 열플라즈마 제트 장치를 이용하여 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말을 제조하였다. 이때, 상기 직류 열플라즈마 장치는 9 kW의 전력을 인가하여 작동시켰으며, 16 L/min의 아르곤 가스 및 2 L/min의 질소가스가 혼합된 혼합가스를 토치의 플라즈마 발생가스로 사용하였다. 상기 발생가스를 주입

한 후, 방전을 통하여 플라즈마 제트가 발생시켰다. 자세한 운전 조건을 하기 표 1에 나타내었다.

[0040] 표 1

	운전조건
플라즈마 전력	300 A, 30 V (9 kW)
플라즈마 발생가스	아르곤 16L/min , 질소 2L/min
반응가스	산소 3 L/min
기화된 사염화티타늄과 옥시염화바나듐의 유량비	사염화티타늄:옥시염화바나듐=1:1 (부피비)

[0041] 기화된 사염화티타늄과 옥시염화바나듐은 상기 표 1에 나타낸 바와 같이 1 : 1의 부피비율로 혼합되어 토치부로 주입되었다. 토치부로 주입된 사염화티타늄과 옥시염화바나듐은 토치부에서 발생된 고온의 열플라즈마 아크와 반응하여 티타늄과 바나듐으로 분해되었다. 또한, 열플라즈마에 의해 분해된 티타늄과 바나듐과 반응시키기 위하여, 기화된 사염화티타늄과 옥시염화바나듐을 토치부로 공급함과 동시에 3 L/min의 유량으로 산소를 반응기 안으로 공급하였으며, 이를 통해 티타늄과 바나듐을 이산화티타늄 및 오산화바나듐으로의 산화시켰다. 산화반응을 통해 생성된 이산화티타늄과 오산화바나듐은 이중관 반응기를 수냉식으로 급냉시킴으로써 반응기 벽을 통해 포집되었으며, 이를 통해 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말을 제조하였다.

[0042] <실시예 2> 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말의 제조 2

[0043] 기화된 사염화티타늄과 옥시염화바나듐의 유량비가 0.5 : 1 (부피비)가 되도록 토치부로 주입한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말을 제조하였다.

[0044] <실시예 3> 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말의 제조 3

[0045] 기화된 사염화티타늄과 옥시염화바나듐의 유량비가 2.5 : 1 (부피비)가 되도록 토치부로 주입한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말을 제조하였다.

[0046] <실시예 4> 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말의 제조 4

[0047] 기화된 사염화티타늄과 옥시염화바나듐의 유량비가 5 : 1 (부피비)가 되도록 토치부로 주입한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 오산화바나듐(V_2O_5)이 코팅된 이산화티타늄(TiO_2)분말을 제조하였다.

[0048] <실험예 1> X-선 회절 분석

[0049] 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말의 결정성을 알아보기 위하여 실시예 1의 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말을 X-선 회절 분석하였고, 그 결과를 도 2에 나타내었다.

[0050] 도 2에 나타낸 바와 같이, 실시예 1의 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말은 결정질을 갖는 오산화바나듐과 이산화티타늄이 함께 존재함을 알 수 있고, 회절선의 폭을 측정하여 결정크기를 알 수 있는 c.s 계산값은 이산화티타늄이 16.9nm, 오산화바나듐이 16.4nm인 것을 알 수 있다.

[0051] <실험예 2> 미세구조 분석

[0052] (1)투과전자현미경 분석

[0053] 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말의 미세구조를 분석하기 위하여 실시예 1의 오산화바나듐이 코팅된 이

산화티타늄분말을 투과전자현미경으로 관찰하였고, 그 결과를 도 3에 나타내었다.

[0054] 도 3에 나타낸 바와 같이, 실시예 1의 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말 입자를 투과전자현미경으로 관찰한 결과, 구형의 이산화티타늄 입자의 표면에 오산화바나듐이 흡착되어 있는 것을 알 수 있다. 이를 통하여, 본 발명에 따른 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말이 나노크기의 구형으로 제조된 것을 확인하였다.

[0055] (2)주사전자현미경 분석

[0056] 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말의 미세구조를 분석하기 위하여 실시예 1의 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말을 주사전자현미경으로 관찰하였고, 그 결과를 도 4에 나타내었다.

[0057] 도 4에 나타낸 바와 같이, 실시예 1의 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말은 약 300 ㎚ 크기의 이산화티타늄 입자 표면에 수십 ㎚ 크기의 오산화바나듐이 코팅된 것을 알 수 있다. 이를 통하여, 본 발명에 따른 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말은 약 200 내지 300 ㎚ 크기로 제조되며, 특히 표면에 오산화바나듐이 코팅된 형태로 제조되는 것을 확인하였다.

[0058] <실험예 3> 에너지 분산 분광 분석

[0059] 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말의 조성 분석을 위하여 실시예 1의 산화규소 분말을 에너지 분산 분광 분석하였고, 그 결과를 도 5에 나타내었다.

[0060] 도 5에 나타낸 바와 같이, 실시예 1의 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄분말은 티타늄(Ti)과 바나듐(V)과 산소(O) 원자로 구성되어 있는 것을 알 수 있으며, 특히 이산화티타늄 분말의 외곽부(b 부분)는 중심부(a 부분)와 비교하여 바나듐의 조성이 월등히 큰 것을 확인할 수 있었다. 이는 이산화티타늄 분말의 중앙부에 위치한 거대 입자가 이산화티타늄이며 주변부에 흡착된 입자들이 오산화바나듐임을 의미하는 것으로, 본 발명에 따른 오산화바나듐이 코팅된 이산화티타늄 분말은 다른 불순물이 포함되지 않은 고순도 나노분말인 것을 알 수 있다.

부호의 설명

[0061] 1 : 토치부

2 : 전원공급장치

3 : 유량조절기

4 : 블로워(blower)

5 : 버블러(bubbler)

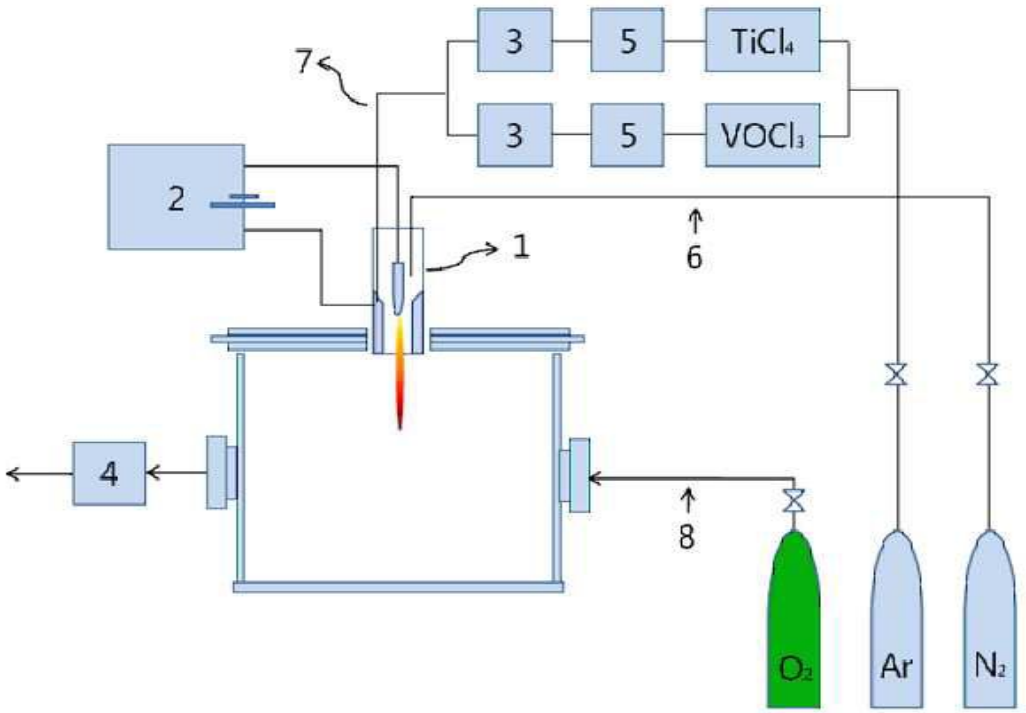
6 : 발생가스라인

7 : 원료가스공급라인

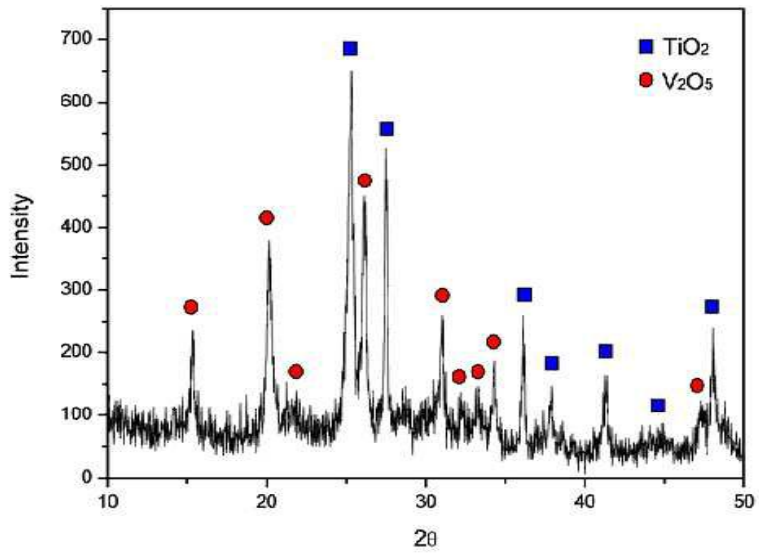
8 : 반응가스라인

도면

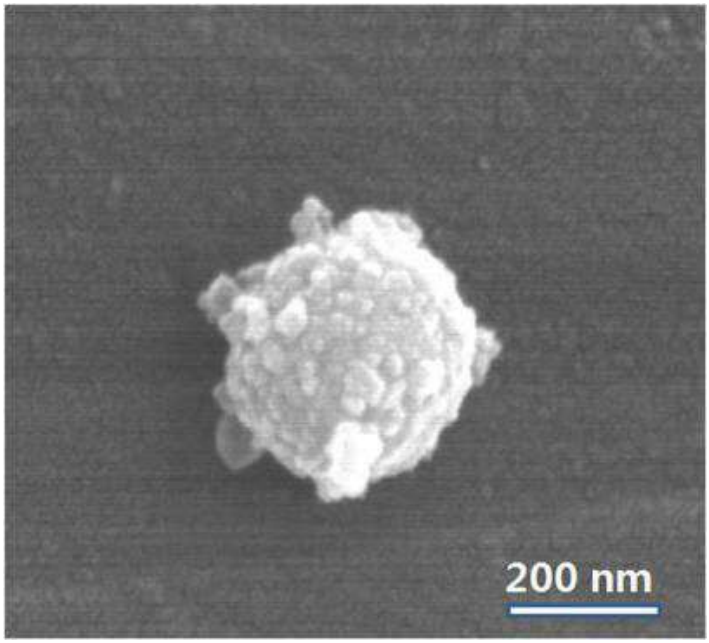
도면1


3
5
TiCl4
3
5
VOCl3
7
2
1
6
4
8
O2
Ar
N2

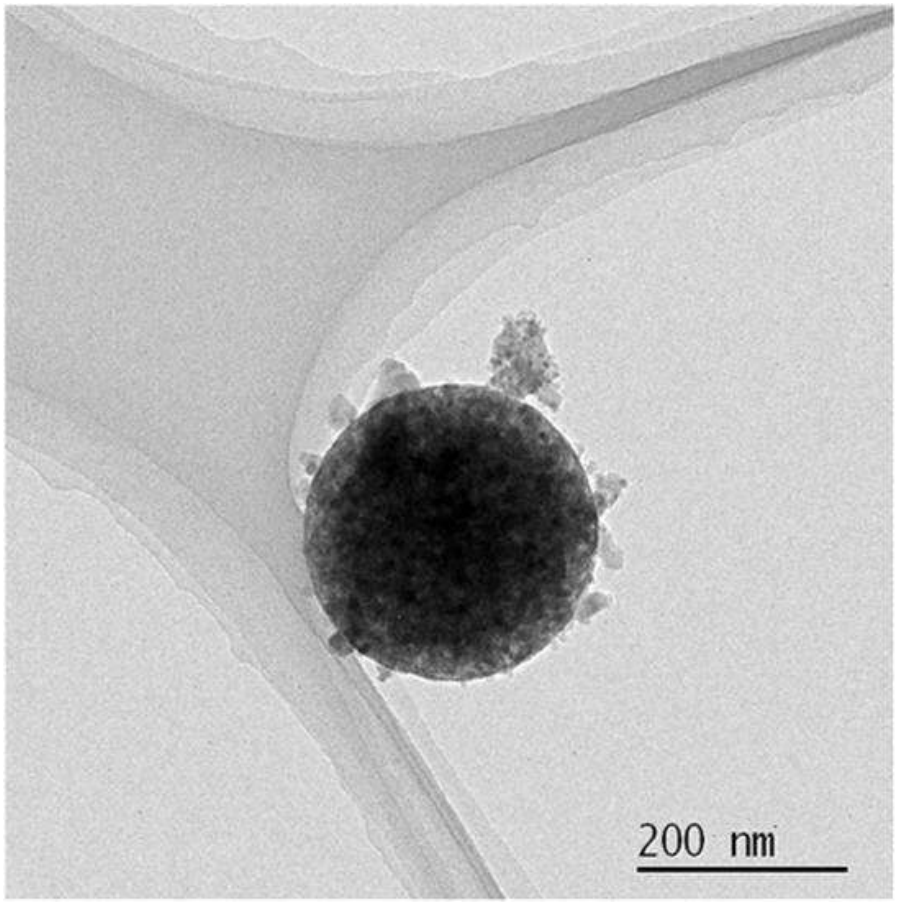
도면2


TiO2
V2O5
Intensity
2θ
0
100
200
300
400
500
600
700
10
20
30
40
50

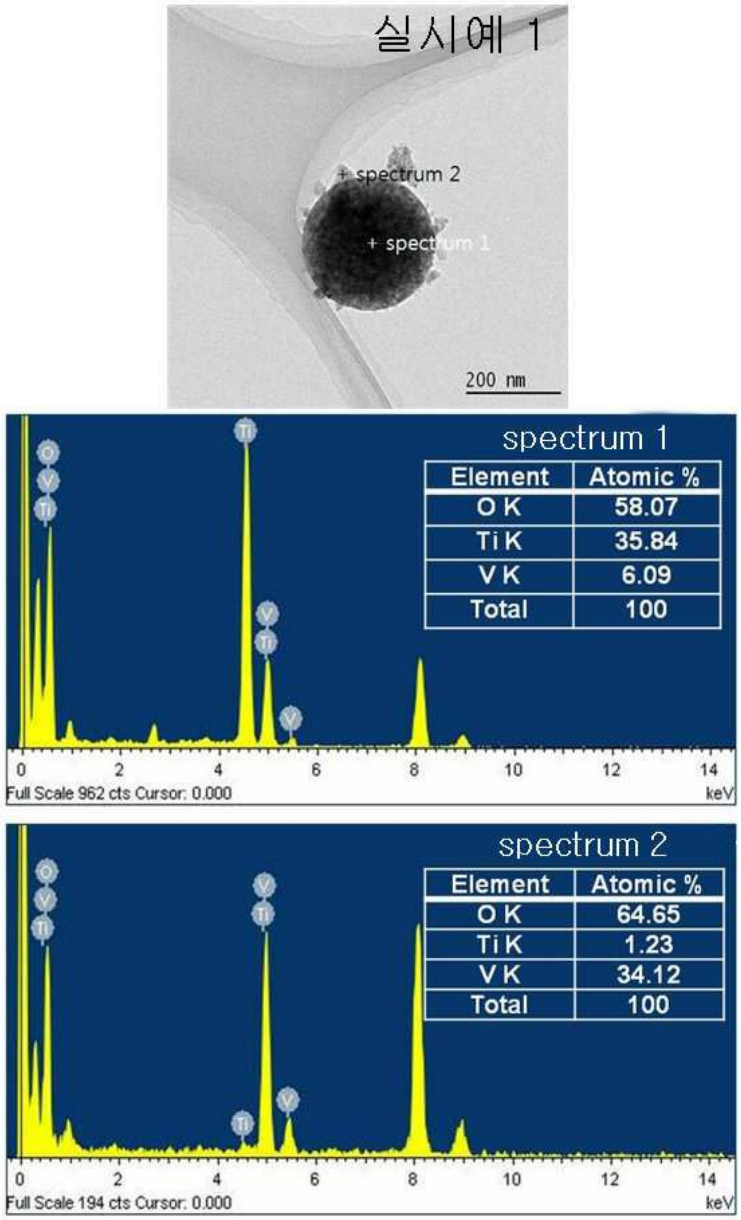
도면3



도면4



도면5


실시예 1
+ spectrum 2
+ spectrum 1
200 nm
spectrum 1
Element | Atomic %
O K | 58.07
Ti K | 35.84
V K | 6.09
Total | 100
0 2 4 6 8 10 12 14
Full Scale 962 cts Cursor: 0.000
keV
spectrum 2
Element | Atomic %
O K | 64.65
Ti K | 1.23
V K | 34.12
Total | 100
0 2 4 6 8 10 12 14
Full Scale 194 cts Cursor: 0.000
keV