



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2010-0011162
(43) 공개일자 2010년02월03일

(51) Int. Cl.

C01G 23/047 (2006.01) *B82B 3/00* (2006.01)

H01L 31/042 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-0072260

(22) 출원일자 2008년07월24일

심사청구일자 2008년07월24일

(71) 출원인

경상대학교산학협력단

경상남도 진주시 가좌동 900

(72) 발명자

심영재

경상남도 진주시 평거동 들말대경아파트 101동 605호

김동환

경상남도 진주시 장대동 127-7번지

김호성

경상남도 밀양시 상동면 금산리 905-19번지

(74) 대리인

정홍식, 김종선, 김태현, 이현수

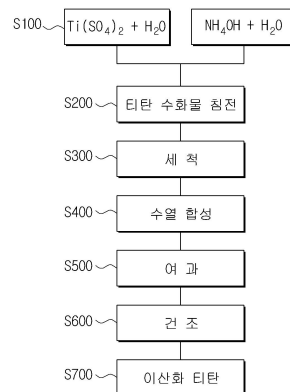
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 나노 사이즈의 이산화티탄의 제조 방법, 이에 의해제조되는 나노 사이즈의 이산화 티탄 및 이를 이용하는 태양 전지

(57) 요약

나노 입자를 갖는 이산화 티탄의 제조 방법과 이를 이용하는 태양 전지가 개시된다. 본 발명에 따른 나노 입자를 갖는 이산화 티탄의 제조 방법은 황산 티탄과 물을 혼합하여 제 1 용액을 준비하는 단계; 첨가제를 포함하는 제 2 용액을 준비하는 단계; 상기 제 1 용액과 상기 제 2 용액을 혼합하여 티탄 수화물을 형성하는 단계; 및 상기 티탄 수화물을 세척하고 수열하여 이산화 티탄으로 합성하는 단계;를 포함한다. 본 발명에 따르면, 환경 친화적 이면서도 균일한 입도 분포로 나노 사이즈의 입자 크기를 갖는 이산화 티탄을 제공할 수 있는 효과가 있다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

황산 티탄과 물을 혼합하여 제 1 용액을 준비하는 단계;
첨가제를 포함하는 제 2 용액을 준비하는 단계;
상기 제 1 용액과 상기 제 2 용액을 혼합하여 티탄 수화물을 형성하는 단계; 및
상기 티탄 수화물을 세척하고 수열하여 이산화 티탄으로 합성하는 단계;
를 포함하는 것을 특징으로 하는 나노 입자를 갖는 이산화 티탄의 제조 방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,
상기 첨가제는 수산화암모늄 또는 수산화나트륨인 것을 특징으로 하는 나노 입자를 갖는 이산화 티탄의 제조 방법.

청구항 3

제 1항에 있어서,
상기 제 1 용액은 0.1M 내지 3M 농도인 것을 특징으로 하는 나노 입자를 갖는 이산화 티탄의 제조 방법.

청구항 4

제 1항에 있어서,
상기 제 2 용액은 0.1M 내지 1M 농도인 것을 특징으로 하는 나노 입자를 갖는 이산화 티탄의 제조 방법.

청구항 5

제 1항에 있어서,
상기 이산화 티탄으로 합성하는 단계는 100℃ 내지 200℃의 범위 이내의 온도에서 수행되는 것을 특징으로 하는 나노 입자를 갖는 이산화 티탄의 제조 방법.

청구항 6

제 5항에 있어서,
상기 이산화 티탄으로 합성하는 단계는 110℃ 내지 130℃의 범위 이내의 온도에서 1시간 내지 5시간의 범위 이내의 시간 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 나노 입자를 갖는 이산화 티탄의 제조 방법.

청구항 7

제 1항에 있어서,
상기 이산화 티탄으로 합성하는 단계 이후에, 합성된 이산화 티탄을 여과하고 건조하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 나노 입자를 갖는 이산화 티탄의 제조 방법.

청구항 8

제 1항에 따라 제조된 이산화 티탄으로서,
상기 이산화 티탄은 0.1nm 내지 10nm의 평균 입자 크기를 갖는 것을 특징으로 하는 나노 입자를 갖는 이산화 티탄.

청구항 9

제 8항에 있어서,

상기 이산화 티탄은 그 입자가 아나타제상 또는 브루카이트상인 것을 특징으로 하는 나노 입자를 갖는 이산화 티탄.

청구항 10

반도체 물질, 태양광 흡수용 염료 고분자, 전해질 조성물 및 투명 전극을 포함하고,

상기 반도체 물질은 제 8항에 따른 이산화 티탄을 포함하는 것을 특징으로 하는 태양 전지.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 나노 사이즈의 이산화 티탄을 제조하는 방법, 이 방법에 의해서 제조되는 나노 사이즈의 이산화 티탄 및 이를 이용하는 태양 전지에 대한 것이다. 더욱 상세하기로는 이산화 티탄의 제조에 있어서 환경에 무해한 출발 물질을 사용하고 저온에서 수열합성하여 입자 크기를 나노 사이즈로 제어하고 수득율이 우수한 나노 사이즈의 이산화 티탄을 제조하는 방법, 이에 의해 제조되는 나노 사이즈의 이산화 티탄 및 이를 이용하는 태양 전지에 대한 것이다.

배경 기술

[0002] 이산화 티탄(titanium dioxide)은 TiO_2 의 분자식을 가지는 티탄의 산화물로, 산화 티탄(IV) 또는 티타니아(titania)라고도 한다.

[0003] 이산화 티탄은 황산 및 알칼리염, 산, 물, 유기 용매 등에 용해되지 않고, 삼산화유황, 염소 가스 등에도 반응하지 않으며, 고온에서도 변질하지 않을 정도로 화학적으로 안정한 특성이 있다. 또한, 실온에서는 전기전도도가 작고 절연체이지만 고온 또는 광에 의해 반도체의 전도도를 나타낸다. 이런 특성들로 인하여 최근 광촉매, 태양전지 등의 여러 산업분야에서 각광받고 있는 물질이다.

[0004] 종래 고상 반응법, 졸-겔, 페치니 프로세스(Pechini process) 등을 이용하여 이산화 티탄을 제조하였다. 그러나, 고상 반응법으로 제조한 이산화 티탄은 입도의 크기가 크고 분포가 균질하지 못한 문제가 있었다.

[0005] 졸-겔법은 알코올이나 물 같은 용매에 티타늄 알콕사이드를 넣고, 가수 분해 반응을 통해서 티타니아졸을 생성시킨 다음에 열처리를 하여 얻는 방법인데, 비교적 입자 크기가 작고 고순도의 이산화 티탄을 얻을 수 있지만, 고가의 원료를 사용하기 때문에 제품 단가가 매우 높은 단점이 있다.

[0006] 페치니 프로세스 역시 고가의 원료를 사용하고 시스템이 복잡하다는 단점이 있다.

[0007] 한편, 사염화 티탄($TiCl_4$)을 이용하여 나노 사이즈의 이산화 티탄을 제조하는 방법이 최근 논의되고 있다. 그러나, 사염화 티탄은 그 자체가 독극물이기 때문에 환경 문제를 유발하고 취급이 용이하지 못한 단점이 있다.

[0008] 따라서, 산업계에서는 환경 친화적이면서도 수율이 높고 제조 비용이 저렴한, 나노 사이즈를 갖는 이산화 티탄의 제조 방법을 요구하여 왔다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

[0009] 본 발명은 상기와 같은 요구에 부응하기 위한 것으로서, 본 발명의 목적은 나노 사이즈를 갖는 이산화 티탄의 제조에 있어서, 제조 비용이 저렴하고 공정이 단순하면서도 수율 면에서 향상된 환경 친화적인 이산화 티탄의 제조 방법을 제공하는 것이다.

[0010] 본 발명의 두번째 목적은 환경 친화적인 단순한 공정으로 나노 입자를 갖는 이산화 티탄을 제공하고자 하는 것이다.

[0011] 본 발명의 세번째 목적은 나노 입자를 갖는 이산화 티탄을 포함하는 태양 전지를 제공하고자 하는 것이다.

과제 해결수단

- [0012] 상기와 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 나노 입자를 갖는 이산화 티탄을 제조하는 방법은 황산 티탄과 물을 혼합하여 제 1 용액을 준비하는 단계;
- [0013] 첨가제를 포함하는 제 2 용액을 준비하는 단계;
- [0014] 상기 제 1 용액과 상기 제 2 용액을 혼합하여 티탄 수화물을 형성하는 단계; 및
- [0015] 상기 티탄 수화물을 세척하고 수열하여 이산화 티탄으로 합성하는 단계;
- [0016] 를 포함한다.
- [0017] 상기 첨가제는 수산화암모늄 또는 수산화나트륨인 것이 바람직하다.
- [0018] 상기 제 1 용액은 0.1M 내지 3M 농도인 것이 바람직하다.
- [0019] 상기 제 2 용액은 0.1M 내지 1M 농도인 것이 바람직하다.
- [0020] 상기 이산화 티탄으로 합성하는 단계는 100℃ 내지 200℃의 범위 이내의 온도에서 수행되는 것이 바람직하고, 110℃ 내지 130℃의 범위 이내의 온도에서 1시간 내지 5시간의 범위 이내의 시간 동안 수행되는 것이 더욱 바람직하다.
- [0021] 상기 이산화 티탄으로 합성하는 단계 이후에, 합성된 이산화 티탄을 여과하고 건조하는 단계를 더 포함하는 것이 바람직하다.
- [0022] 본 발명의 두번째 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 나노 입자를 갖는 이산화 티탄은 상기 방법에 따라 제조된 이산화 티탄으로서,
- [0023] 상기 이산화 티탄은 0.1nm 내지 10nm의 평균 입자 크기를 갖는 것이 바람직하다.
- [0024] 상기 이산화 티탄은 그 입자가 아나타제상 또는 브루카이트상인 것이 바람직하다.
- [0025] 본 발명의 세번째 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 태양전지는 반도체 물질, 태양광 흡수용 염료 고분자, 전해질 조성물 및 투명 전극을 포함하고,
- [0026] 상기 반도체 물질은 제 9항에 따른 이산화 티탄을 포함하는 것이 바람직하다.

효 과

- [0027] 상기와 같은 본 발명에 따르면, 균일하게 나노 사이즈의 입자를 갖는 이산화 티탄을 고순도로 제공할 수 있는 효과가 있다.
- [0028] 또한, 제조 비용이 저렴하면서도 단순한 공정으로 수율이 높은 나노 사이즈의 입자를 갖는 이산화 티탄을 제공할 수 있는 효과가 있다.
- [0029] 또한, 환경 오염에 대한 염려 없는 공정으로 나노 사이즈의 입자를 갖는 이산화 티탄을 제공할 수 있는 효과가 있다.
- [0030] 또한, 제조 비용이 저렴하면서 정밀도를 향상시킨 태양 전지를 제공할 수 있는 효과가 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- [0031] 이하에서는 본 명세서에 첨부된 도면 및 본 발명의 실시예들을 참조하여 본 발명을 더욱 상술한다.
- [0032] 본 발명은 나노 입자를 갖는 이산화 티탄을 제조하는 방법에 대한 것이다.
- [0033] 먼저 황산 티탄과 물을 혼합하여 황산 티탄 수용액인 제 1 용액을 준비한다. 황산 티탄(Titanium Sulfate)은 황산티탄(III)과 황산티탄(IV)가 있는데, 본원 발명에서 사용하는 것은 황산 티탄(IV)($Ti(SO_4)_2$)가 바람직하다.
- [0034] 종래 황산 티타늄(Titanium Oxysulfate)을 사용하여 이산화 티탄을 제조하던 황산법은 Ilmenite 광석을 분쇄하여 진한 황산과 반응시켜 황산티타늄($TiOSO_4$)을 생성시켜서 이를 가수 분해 시킨 후 고온에서 소성 및 분쇄하여 제품화하는 방법이다. 이 방법은 고온 열처리와 가혹한 분쇄 공정이 필요하고 나노 크기의 분말을 얻기 어려운

단점이 있었다. 출발 물질의 면에서 본원 발명의 황산 티탄(IV)을 사용하는 것과 일견 유사한 것 같지만, 그 제조 공정과 반응과정에서 상이한 방법을 사용한다.

- [0035] 황산 티탄을 포함하는 황산 티탄 수용액의 농도는 0.1M 내지 3M 농도인 것이 바람직하다. 이 농도 범위는 수용액 중에 포함되어 있는 티탄 이온 농도를 고려하여 조절한다.
- [0036] 황산 티탄 수용액을 준비하는 것과는 별도로 황산 티탄과 반응하여 침전물을 생성할 화합물인 첨가제를 준비하여 이 첨가제를 포함하는 제 2 용액을 준비한다.
- [0037] 첨가제는 수산화암모늄(ammonium hydroxide, NH_4OH) 또는 수산화나트륨(sodium hydroxide, NaOH)인 것이 바람직하다. 수산화암모늄 수용액 또는 수산화나트륨 수용액인 제 2 용액의 농도는 반응할 황산 티탄 수용액의 농도를 고려하여 준비하는 것이 바람직한데, 약 0.1M 내지 1M 농도인 것이 바람직하다.
- [0038] 제 1 용액과 제 2 용액의 농도는 또한 황산 티탄과 첨가제가 반응하여 생성될 티탄 수화물의 입자 크기를 고려하여 조절할 수도 있다.
- [0039] 준비된 제 1 용액과 제 2 용액을 혼합하는데, 혼합은 제 1 용액을 포함하는 반응조에 제 2 용액을 첨가하여 적정하는 방법으로 수행한다.
- [0040] 제 2 용액을 첨가하면서 적정하는 동안에 티탄 수화물이 형성되면서 침전한다. 침전되는 티탄 수화물의 형상이나 입자 크기는 제 1 용액 및 제 2 용액이 포함하는 물질과 그 농도에 크게 영향을 받는다.
- [0041] 티탄 수화물은 황산 티탄의 SO_4^{2-} 기와 OH^- 기의 치환에 의한 침전법으로 생성된다. 즉, 본 발명에 따른 티탄 수화물이 형성되는 침전 반응을 도식화하면 다음과 같다.

반응식 1

- [0042] $\text{TiSO}_4 + \text{NH}_4\text{OH} \rightarrow \text{TiOH}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$

반응식 2

- [0043] $\text{TiSO}_4 + \text{NaOH} \rightarrow \text{TiOH}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$

- [0044] 생성된 티탄 수화물을 중성의 산도를 나타낼 때 까지 증류수로 세척한다. 그 다음, 반응조에 부피비 20% 내지 50%로 장입한 후, 100 내지 200℃의 온도 범위에서 수열 합성하여 이산화 티탄을 제조한다.
- [0045] 반응조는 온도와 압력조절 및 교반이 가능한 오토클레이브(autoclave)의 반응조를 이용할 수 있다.
- [0046] 반응조의 압력은 각 온도 범위에서의 증류수의 기화에 의해서 결정될 수 있다.
- [0047] 이산화 티탄으로 합성하는 단계에서 가해지는 온도 범위는 100 내지 200℃의 온도 범위가 바람직한데, 100℃보다 작은 온도에서는 합성이 잘 이루어지지 않는 문제가 있고, 200℃가 넘는 온도에서는 합성되는 이산화 티탄의 평균 입자 크기가 커져서 입자 크기를 조절하는데 문제가 있기 때문이다.
- [0048] 이산화 티탄으로 합성하는 단계에서 가해지는 온도 범위는 110 내지 130℃의 온도 범위가 더욱 바람직한데, 이 온도 범위에서 합성을 할 때 입자 크기의 조절이 가장 용이하기 때문이다.
- [0049] 특히 바람직하기로는 110 내지 130℃의 온도 범위에서 1시간 내지 5시간의 범위 이내에서 합성하는 것이 바람직하다.
- [0050] 이산화 티탄으로 수열하여 합성하는 과정을 거친 다음, 합성된 이산화 티탄을 여과해 내서 건조하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0051] 이상의 내용을 도 1을 참조하여 정리하면 다음과 같다.
- [0052] 도 1은 본원 발명의 일실시예에 따른 이산화 티탄의 제조 과정을 도식화한 것이다.
- [0053] 황산 티탄 수용액과 수산화암모늄 수용액을 준비한다(S100).
- [0054] 준비된 황산 티탄 수용액과 수산화암모늄 수용액을 반응조에서 반응시켜서 티탄 수화물이 침전되도록 한다(S200).

- [0055] 침전된 티탄 수화물이 중성의 산도를 띠도록 세척한 후(S300), 열을 가하여 이산화 티탄으로 합성한 후(S400), 여과하고(S500) 건조시켜서(S600) 나노 입자의 이산화 티탄을 제조한다(S700).
- [0056] 이렇게 해서 얻어진 이산화 티탄의 입자는 직경이 대략 0.1nm 내지 10nm의 입자 크기를 가질 수 있다. 입자 크기는 반응물질의 종류, 침전 반응 및 수열 합성 과정에서 가해지는 물리적 조건들에 의해서 조절이 가능하다.
- [0057] 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화 티탄 입자는 그 결정이 아나타제상 또는 브루카이트상일 수 있다. 이산화 티탄의 결정 구조상은 아나타제(anatase), 브루카이트(brookite) 또는 루타일(rutile)의 3가지의 결정상이 있다.
- [0058] 이 중에서, 브루카이트와 아나타제 결정형은 대칭성이 크게 떨어진 구조이기 때문에, 광촉매 활성이나 반도체성 특성들이 잘 나타나서 산업에서의 활용도가 높다.
- [0059] 본 발명의 일 실시예에 따르면 상기 제조된 나노 입자의 이산화 티탄을 이용하여 태양 전지를 제공할 수 있다.
- [0060] 태양 전지는 재료에 따라서 여러 가지로 분류될 수 있다. 종래 실리콘계 반도체 또는 II-V족, III-VI족 반도체 화합물을 사용하기도 하였으나 가격이 비싸고 수명이 짧아서 최근 염료 감응형 태양 전지(Dye-sensitized Solar Cells)가 개발되고 있다.
- [0061] 염료 감응형 태양전지는 기존의 태양 전지에 비해 발전 효율이 높고 수명이 길며, 발전 단가가 저렴한 장점이 있다. 또한, 박막이나 플렉시블한 형태로 제조가 가능한 특징이 있다.
- [0062] 이론적인 염료 감응형 태양 전지의 발전 효율은 약 25% 내지 35% 이상으로서 기존 태양 전지에 비하여 높은 효율을 가지지만, 실제 연구 결과에 의하면 발전 효율이 약 10% 이내로 미비한 실정이다.
- [0063] 태양 전지에서 발전 효율을 저해하는 가장 큰 원인으로 이해되는 것은 염료 감응형 태양 전지에 사용되는 이산화 티탄 반도체 분말의 특성과 관련이 있다.
- [0064] 염료 감응형 태양 전지는 반도체 나노 입자, 태양광 흡수용 염료 고분자, 전해질, 투명 전극 등을 포함하여 형성된다. 이 태양 전지는 식물의 광합성 원리를 응용한 전지로서, 태양 에너지의 흡수 과정과 전하 이동 과정이 분리되어 태양 에너지의 흡수는 염료가 담당하고 전하의 이동은 전자의 형태로 반도체 나노 입자가 담당한다.
- [0065] 최근, 태양 전지의 반도체 나노 입자로 주로 사용되는 것이 이산화 티탄 반도체 분말이다. 즉, 이산화 티탄을 이용하는 태양 전지에서, 전하의 이동은 전자의 형태로 이산화 티탄이 담당하게 되는데, 태양광의 흡수량은 염료 고분자가 코팅된 반도체의 표면적이 넓을수록 증가하기 때문에, 이산화 티탄 입자가 작고 기공도가 높을수록 전지의 효율이 증가한다. 따라서, 염료 감응형 태양 전지의 효율 극대화를 위해서는 나노 사이즈의 이산화 티탄 반도체 분말을 사용하는 것이 필요하다.
- [0066] 본 발명의 일 실시예에 따라 제조되는 이산화 티탄은 입자 크기가 나노 사이즈여서 종래 태양 전지의 구성에 본 발명의 일 실시예에 따라 제조되는 이산화 티탄을 이용하면 효율을 극대화할 수 있다.
- [0067] 이하에서는 본 발명의 실시예를 상술한다.
- [0068] {실시예}
- [0069] **나노 입자의 이산화 티탄의 제조**
- [0070] **실시예 1**
- [0071] 황산 티탄 용액을 증류수와 혼합하여 1M 농도의 황산 티탄 수용액을 반응조에 준비하였다. 0.5M 농도의 수산화 암모늄 용액을 황산 티탄 수용액이 있는 반응조로 적정하여 첨가하였다.
- [0072] 반응조 안에 생성되는 티탄 수화물 고체 덩어리를 pH가 7이 될 때까지 증류수로 세척하였다.
- [0073] 오토 클레이브의 반응조에서 부피비 30%로 장입한 후, 100℃의 온도에서 2시간 동안 수열 합성하여 이산화 티탄을 제조하였다. 이 때, 반응조의 압력은 약 3.0kg/cm²G였다.
- [0074] 이렇게 하여 제조된 이산화 티탄의 입자 크기는 약 6nm였으며, 결정형은 비정질 상이었다.
- [0075] **실시예 2**
- [0076] 상기 실시예 1에서, 수열 합성 온도를 110℃로 하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 이산화

티탄을 제조하였다.

[0077] 이렇게 하여 제조된 이산화 티탄의 입자 크기는 약 6nm였으며, 결정형은 아나타제 상이었다.

[0078] **실시예 3**

[0079] 상기 실시예 1에서, 수열 합성 온도를 120℃로 하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 이산화 티탄을 제조하였다.

[0080] 이렇게 하여 제조된 이산화 티탄의 입자 크기는 약 6nm였으며, 결정형은 아나타제 상이었다.

[0081] **실시예 4**

[0082] 상기 실시예 1에서, 수열 합성 온도를 130℃로 하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 이산화 티탄을 제조하였다.

[0083] 이렇게 하여 제조된 이산화 티탄의 입자 크기는 약 7nm였으며, 결정형은 아나타제 상이었다.

[0084] **실시예 5**

[0085] 상기 실시예 1에서, 수열 합성 온도를 140℃로 하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 이산화 티탄을 제조하였다.

[0086] 이렇게 하여 제조된 이산화 티탄의 입자 크기는 약 8nm였으며, 결정형은 아나타제 상이었다.

[0087] **실시예 6**

[0088] 상기 실시예 1에서, 수열 합성 온도를 150℃로 하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 이산화 티탄을 제조하였다.

[0089] 이렇게 하여 제조된 이산화 티탄의 입자 크기는 약 8nm였으며, 결정형은 아나타제 상이었다.

[0090] **비교예 1**

[0091] 상기 실시예 3에서 수열 합성 시간을 6시간으로 하는 것을 제외하고는 상기 실시예 3과 동일한 방법으로 이산화 티탄을 제조하였다.

[0092] 이렇게 하여 제조된 이산화 티탄의 입자 크기는 약 10nm였으며, 결정형은 아나타제 상이었다.

[0093] **비교예 2**

[0094] 상기 실시예 3에서 수열 합성 시간을 12시간으로 하는 것을 제외하고는 상기 실시예 3과 동일한 방법으로 이산화 티탄을 제조하였다.

[0095] 이렇게 하여 제조된 이산화 티탄의 입자 크기는 약 12nm였으며, 결정형은 아나타제 상이었다.

[0096] **비교예 3**

[0097] 상기 실시예 3에서 수열 합성 시간을 24시간으로 하는 것을 제외하고는 상기 실시예 3과 동일한 방법으로 이산화 티탄을 제조하였다.

[0098] 이렇게 하여 제조된 이산화 티탄의 입자 크기는 약 14nm였으며, 결정형은 아나타제 상이었다.

[0099] **태양 전지의 제조**

[0100] 상기 실시예 3에 의해서 제조된 이산화 티탄 분말을 이용하였다.

[0101] 이산화 티탄 분말에 폴리 에틸렌 글리콜을 20중량% 첨가하여 콜로이드 용액으로 제조하였다. 그 다음, 준비된 콜로이드 용액으로, $10 \times 10 \text{ cm}^2$ 의 주석 산화물에 불소를 도핑한 FTO 전도성 유리 기판에 닥터 블레이드법으로 $0.6 \times 0.6 \text{ cm}^2$ 크기의 이산화 티탄 박막을 코팅하여 제조하였다.

[0102] 그 다음, 제조된 이산화 티탄 박막을 12시간 동안 상온에서 건조하고, 450℃에서 30분간 소결하여 최종적으로 이산화 티탄 전극을 제조하였다.

[0103] 소결된 이산화 티탄 전극을 솔라로닉스(solaronix)사제의 루테늄(Ruthenium) 535-bisTBA 염료에 넣어 24시간 동안 염료를 흡착시킨 후, 솔라로닉스사제의 Pt-catalyst T/SP를 이용해서 제조한 Pt 전극과 함께 접합하였다.

전해질로는 Iodolyte AN-50을 사용하였다.

[0104] 이렇게 하여 일반적인 방법으로 염료 감응형 태양 전지를 셀을 제조하였다.

[0105] {평가}

[0106] 실시예 1 내지 실시예 6에 따라 제조된 이산화 티탄 분말의 XRD 분석 결과를 도 2에 도시하였다.

[0107] 도 2를 참조하면, 100℃에서 수열합성한 실시예 1에 따른 이산화 티탄의 분말의 경우는 초기 티탄 수화물과 같은 비정질 상을 나타냈지만, 110℃ 이상의 온도에서 수열합성한 실시예 2 내지 실시예 6에 따른 이산화 티탄의 분말의 경우에는 모두 아나타제상의 XRD 피크들이 증가함을 알 수 있다.

[0108] 즉, 도 2를 참조하여 XRD를 분석한 결과, 110℃ 이상의 온도에서 수열 합성된 이산화 티탄의 경우 모두 아나타제상의 결정형으로 제조되었으며, 수열 합성의 온도 증가에 따라 피크의 상대 강도 또한 증가함을 알 수 있다.

[0109] 한편, 도 3 및 도 4를 참조하면, 상기 실시예 3에 따라 제조된 이산화 티탄 분말의 SEM 및 TEM 관찰 결과를 각각 도시한 것이다.

[0110] 도 4를 참조하면, 실시예 3에 따라 제조된 이산화 티탄 분말의 경우, 그 입자가 구형의 형태를 가지며, 평균 입경이 6nm 정도임을 알 수 있다.

[0111] 또한, 각 입자 사이에 미세 기공이 존재하며 전체적으로 균일하게 분포되어 있음을 확인할 수 있다. 이러한 특징은 태양 전지에 이용되기에 적합한 것으로 이해된다.

[0112] 한편, 상기 실시예 3과 비교예 1 내지 비교예 3에 따라 제조된 이산화 티탄의 비표면적을 다음 표 1에 나타내어 비교해 본다.

표 1

이산화 티탄 제조예	수열 시간	비표면적(m^2/g)
실시예 3	2시간	123
비교예 1	6시간	116
비교예 2	12시간	110
비교예 3	24시간	88.3
P-25		49.7

[0114] 상기 실시예 3 및 비교예 1 내지 비교예 3의 경우, 수열 시간을 제외하고는 같은 조건으로 이산화 티탄을 제조하는 예들이다.

[0115] 수열 합성 시간이 2시간인 실시예 3에 따른 이산화 티탄의 경우, 그 평균 입자 크기가 6nm정도였고, 비표면적이 $123m^2/g$ 으로 비표면적이 제일 큰 것을 알 수 있다. 수열 합성시간이 길어질 수록 이산화 티탄의 평균 입자 크기도 증가함을 알 수 있다.

[0116] 한편, P-25는 데구사(Degussa)제의 상업화된 이산화 티탄의 상품명으로, 염료 감응형 태양 전지 및 광촉매 재료로서 상용화되어 있다. P-25의 비표면 측정결과에 따르면, 실시예 3에 따라 제조된 이산화 티탄의 대략 1/2.5임을 알 수 있다.

[0117] 따라서, 본 발명에 따라 제조된 이산화 티탄이 그 입자 크기가 나노 사이즈로 작을 뿐만 아니라 비표면적이 넓어서 상업화에 유용함을 알 수 있다.

[0118] 또한, 상기 실시예 3에 따라 제조된 이산화 티탄을 이용하는 태양 전지의 광전환 효율을 도 5에 나타내었다.

[0119] 본 발명에 따라 제조된 태양 전지 셀의 I-V특성은 AM 1.5하에서 측정하였다.

[0120] 도 5를 참조하면, 본 발명에 따라 제조된 태양 전지 셀에서 5.89%의 광전환 효율을 나타내었으며, 0.676의 FF를 나타내었다.

[0121] 따라서, 본 발명에 따라 제조된 이산화 티탄을 이용하여 제조된 태양 전지의 효율이 우수함을 알 수 있다.

[0122] 이상에서는 본 발명의 바람직한 실시예에 대하여 도시하고 설명하였지만, 본 발명은 상술한 특징의 실시예에 한정되지 아니하며, 청구범위에서 청구하는 본 발명의 요지를 벗어남이 없이 당해 발명이 속하는 기술 분야에서

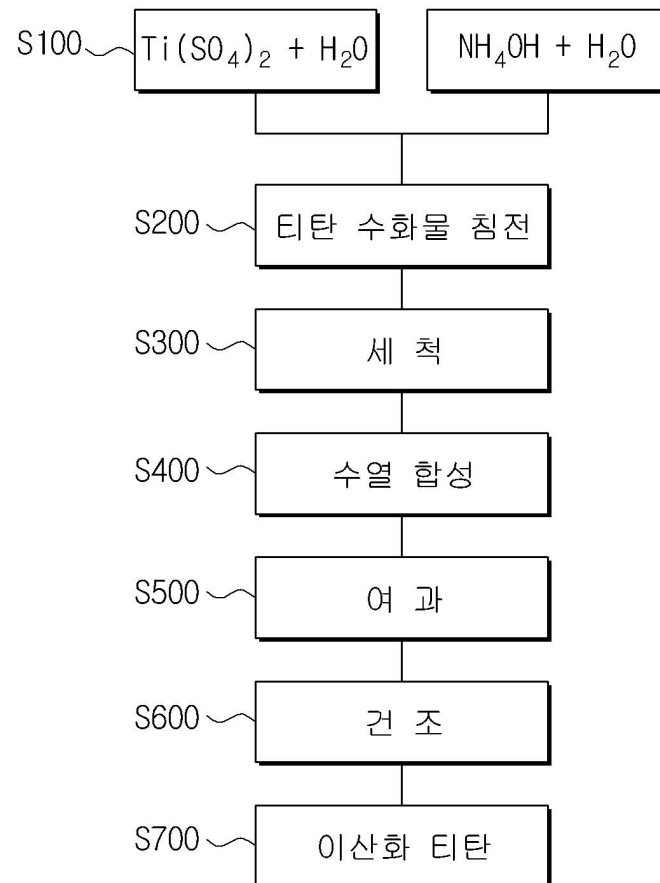
통상의 지식을 가진 자라면 누구든지 다양한 변형 실시가 가능한 것은 물론이고, 그와 같은 변경은 청구범위 기재의 범위 내에 있게 된다.

도면의 간단한 설명

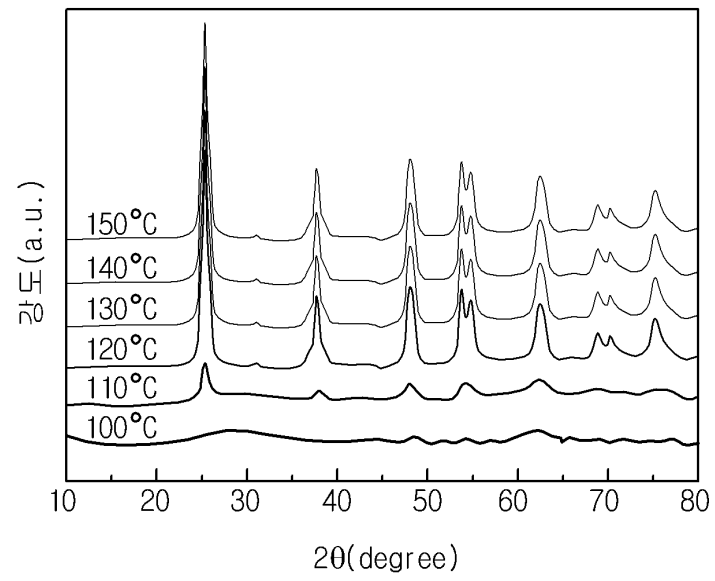
- [0123] 도 1은 본 발명의 일실시예에 따른 이산화 티탄의 제조 방법을 도식화한 도면,
 [0124] 도 2는 본 발명의 일실시예에 따라 제조된 이산화 티탄의 XRD 분석 결과를 나타낸 그래프,
 [0125] 도 3은 본 발명의 일실시예에 따라 제조된 이산화 티탄의 SEM 측정 결과를 나타낸 것,
 [0126] 도 4는 본 발명의 일실시예에 따라 제조된 이산화 티탄의 TEM 측정 결과를 나타낸 것, 및
 [0127] 도 5는 본 발명의 일실시예에 따라 제조된 태양 전지의 I-V 특성을 나타낸 것이다.

도면

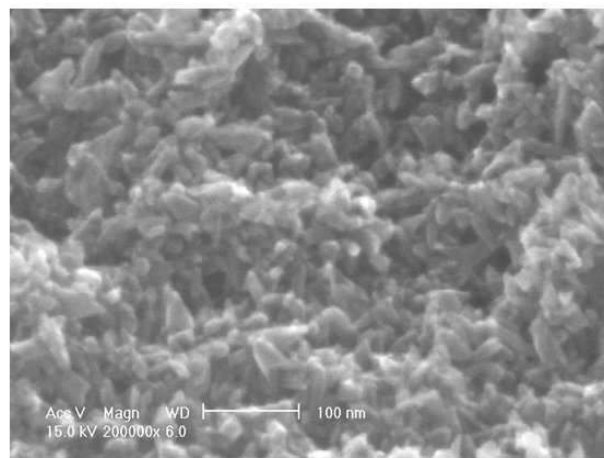
도면1



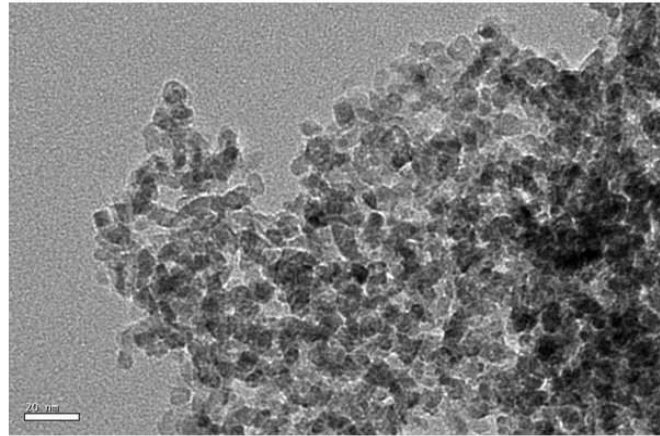
도면2



도면3



도면4



도면5

