



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2009-0009489
(43) 공개일자 2009년01월23일

(51) Int. Cl.⁹

B82B 3/00 (2006.01) B82B 1/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2007-0072801

(22) 출원일자 2007년07월20일

심사청구일자 2007년07월20일

(71) 출원인

고려대학교 산학협력단

서울 성북구 안암동5가1 고려대학교 내

(72) 발명자

성윤모

경기 성남시 분당구 정자동 정든마을 한진아파트
604-2501

이정철

경기 안양시 동안구 부림동 공작아파트 502동 50
2호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인아주

전체 청구항 수 : 총 22 항

(54) 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물 및 그 형성방법

(57) 요약

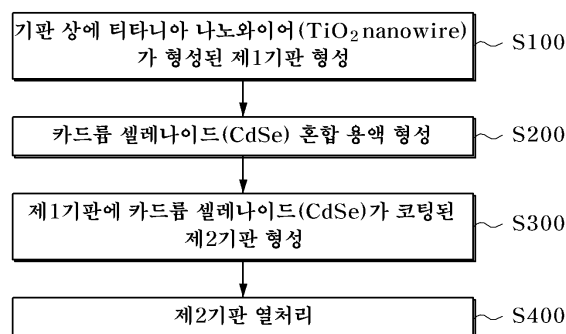
본 발명에 따른 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법은 기판 상에 티타니아 나노와이어층이 형성된 제1기판을 형성하는 단계; 카드뮴셀레나이드 나노분말을 갖는 카드뮴셀레나이드 혼합용액을 마련하는 단계; 상기 제1기판의 티타니아 나노와이어층에 상기 카드뮴셀레나이드 혼합용액을 코팅시켜 제2기판을 형성하는 단계; 상기 제2기판을 열처리하는 단계를 포함한다.

따라서 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물 및 그 형성방법은 티타니아 나노와이어에 카드뮴셀레나이드 나노분말을 붙여 표면적을 증가시킴으로써 광학적, 광촉매적 특성을 향상시킬 수 있는 효과가 있다.

또한, 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물의 형성방법은 티타니아 나노와이어를 이용하여 용이하게 티타니아/카드뮴셀레나이드를 합성할 수 있는 효과가 있다.

또한, 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물의 형성방법은 열처리공정의 온도를 저감시킴으로써 생산원가를 절감할 수 있는 효과가 있다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

곽우철

서울 성동구 금호동2가 301번지 101호

노경민

서울 동대문구 용두2동 729-17

특허청구의 범위

청구항 1

기관 상에 티타니아 나노와이어층이 형성된 제1기관을 형성하는 단계;

카드뮴셀레나이드 나노분말을 갖는 카드뮴셀레나이드 혼합용액을 마련하는 단계;

상기 제1기관의 티타니아 나노와이어층에 상기 카드뮴셀레나이드 혼합용액을 코팅시켜 제2기관을 형성하는 단계;

상기 제2기관을 열처리하는 단계를 포함하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 기관은 사파이어 기관 또는 티탄늄 기관인 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 티타니아 나노와이어층은 화학기상증착법 또는 스퍼터링으로 형성되는 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 티타니아 나노와이어층의 형성방법은

버블링시스템을 마련하는 단계;

상기 버블링시스템에 상기 기관을 안착시키는 단계;

상기 기관으로 분위기 가스를 제공하는 단계;

상기 기관으로 반응가스 및 상기 반응가스를 운반하는 운반가스를 제공하는 단계;

상기 기관 주변에 온도를 600℃ 내지 800℃로 5분 내지 20분간 유지하는 단계를 포함하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 5

제 4항에 있어서,

상기 분위기 가스는 수소, 아르곤인 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 6

제 5항에 있어서,

상기 수소는 10sccm 내지 30sccm, 상기 아르곤은 50sccm 내지 150sccm를 상기 기관으로 제공하는 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 7

제 4항에 있어서,

상기 반응가스는 산소, $TiCl_4$ 인 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 8

제 7항에 있어서,

상기 산소는 0.1sccm 내지 1sccm 으로 상기 기판으로 제공하는 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 9

제 4항에 있어서,

상기 운반가스는 수소를 10sccm 내지 30sccm으로 상기 $TiCl_4$ 를 상기 기판으로 운반하는 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 10

제 1항에 있어서,

상기 카드뮴셀레나이드 혼합용액은

글러브 박스에서 질소분위기로 산화카드뮴, 파라핀 오일과 올렉산을 혼합하고 아르곤 분위기에서 충분히 녹을 때 까지 150℃ 내지 170℃를 유지시켜 제1혼합용액을 형성하는 단계;

세레늄 금속과 파라핀 오일을 혼합하고 충분히 녹을 때 까지 200℃ 내지 240℃를 유지시켜 제2혼합용액을 형성하는 단계;

상기 제1혼합용액을 200℃ 내지 240℃로 가열하여 상기 제2혼합용액과 혼합하여 카드뮴셀레나이드 혼합용액을 형성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 11

제 10항에 있어서,

상기 제1혼합용액은 상기 산화카드뮴이 640mg, 상기 파라핀 오일이 45ml, 상기 올렉산이 5ml이 첨가되는 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 12

제 10항에 있어서,

상기 제2혼합용액은 세레늄 금속이 2mM가 첨가되는 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 13

제 1항에 있어서,

상기 코팅공정은 딥 코팅으로 상기 제2기판을 형성하는 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 14

제 1항에 있어서,

상기 열처리공정은 10분 내지 50분 동안 500℃ 내지 700℃에서 상기 제2기판을 열처리하는 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 15

제 1항에 있어서,

상기 열처리공정은 상기 티타니아 나노와이어층과 상기 카드뮴셀레나이드 간에 결합력을 향상시키는 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 16

제 1항에 있어서,

상기 열처리공정은 상기 제2기판에 존재하는 유기물을 제거하는 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 17

제 1항에 있어서,

상기 티타니아 나노와이어층은 $5\mu\text{m}$ 내지 $10\mu\text{m}$ 의 두께로 형성되는 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 18

제 1항에 있어서,

상기 티타니아 나노와이어층을 이루는 티타니아 나노와이어는 직경이 50 내지 70nm인 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 19

제 1항에 있어서,

상기 카드뮴 셀레나이드 나노분말은 5-20 nm의 직경으로 형성되는 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 20

제 1항에 있어서,

상기 카드뮴 셀레나이드 나노분말은 티타니아 나노와이어 표면에 점착되어 형성되는 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 21

제 1항에 있어서,

상기 티타니아/카드뮴셀레나이드는 UV-Visible 흡광 주 피크(peak)가 약 340nm 내지 370nm인 것을 특징으로 하는 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법.

청구항 22

제 1항 내지 제 21항 중 어느 한 항의 형성방법으로 형성된 것을 특징으로 하는 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물.

명 세 서

발명의 상세한 설명

기술 분야

<1> 본 발명은 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물 및 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물 형성방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 티타늄 기판 위에서 형성되는 티타니아/카드뮴 셀레나이드의 이중구조로 표면적을 증가시킴으로써 발생하는 홀과 전자에 의해 광촉매 특성을 향상시킨 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물 및 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물 형성방법에 관한 것이다.

배경 기술

<2> 최근 빌딩 질환 증후군(sick building syndrome)등을 일으키는 화학물질에 의한 생활 환경 오염이 우리들의 일상생활에 심각한 영향을 미치고 있다.

<3> 그 때문에 주거 환경의 오염을 비롯하여, 환경 호르몬 등 다양한 화학물질이나 화석연료의 대량 소비에 의해 지구의 환경오염이 진행됨으로써 심각한 문제가 발생되고 이에 대한 해결방안이 다각적으로 모색되고 있다.

- <4> 이러한 오염을 제거하기 위해서는 포집 농축하여 열분해시키는 방법 등이 있는데, 이 방법들은 처리과정에서 화석연료를 사용하기 때문에, 환경을 정화하면 할수록 많은 에너지가 소모되고, 다이옥신 등과 같이 더 유해한 물질을 생성할 위험도 내포하는 모순을 안고 있다.
- <5> 여기서 최근 자외선 또는 가시광선의 조사(照射)에 의해 높은 산화 환원력을 발휘하는 광촉매가 주목을 받고 있다.
- <6> 촉매란 어떤 화학 반응에서 자신은 변화하지 않고 반응속도를 변화시키거나 반응을 개시시키는 등의 역할을 수행하는 것이다.
- <7> 광촉매란 촉매의 한 종류로서 촉매작용이 빛에너지를 받아 일어나는 것을 말한다.
- <8> 즉, 반도체 등의 분말을 용액에 넣어, 그 밴드 갭 이상의 광에너지를 조사하면, 마이너스 전하를 갖는 전자(e^-)와 플러스 전하를 갖는 정공(h^+)이 생성되고 이것의 강한 환원 또는 산화작용에 의해 용액 중의 이온종이나 분자종을 분해시키는 등 다양한 반응을 일으키게 된다.
- <9> 광촉매는 유독한 약품뿐만 아니라 화석 연료도 사용하지 않으면서 태양광 등과 같은 광에너지의 이용만으로도 다양한 화학물질을 안전하고 용이하게 분해할 수 있다는 장점과 항균/살균, 초친수성 등의 특성도 지니고 있는 환경 친화성 재료로서, 다양한 분야에서의 광촉매 적용을 위한 연구/개발 및 제품 개발이 국내외에서 큰 관심을 불러일으키고 있다.
- <10> 상기 광촉매는 생물학적으로나 화학적으로 비활성이면서, 가시광선이나 자외선 영역의 빛을 이용할 수 있어야 할 뿐만 아니라 경제적인 측면에서도 저렴한 장점이 있는 재료를 선택하여 사용하고 있다.
- <11> 일반적으로 광촉매 반응(산화반응)에 대한 산화물 반도체의 활성은 $TiO_2(\text{anatase}) > TiO_2(\text{rutile}) > ZnO > ZrO_2 > SnO_2 > V_2O_5$ 의 순으로 알려져 있다.
- <12> 이들 중 특히 산화티타늄(TiO_2)은 광촉매 활성이 높고, 안전성이나 안정성도 높은 것으로 알려져 있다.
- <13> 또한 이산화티탄은 광촉매로서 내구성, 내마모성이 우수하다. 그리고 이산화티탄은 촉매로서의 기능을 하기 때문에 자신은 변하지 않고, 그 자체는 안전/무독물질이며, 폐기하여도 2차공해에 대한 염려가 없다.
- <14> 티탄은 지각중에 아홉번째로 많은 원소이며, 산화물인 이산화티탄은 자원적으로 매우 풍부하기 때문에 가격도 싸다. 이처럼 이산화티탄 광촉매는 경제성, 시장성, 실용성에서 많은 장점을 가지고 있다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

- <15> 최근에는 작은 크기(nano-scale)의 티타니아가 제조되어 폐수처리 및 수소 제조용 광촉매, 광전지 등에 사용되는 등 그 응용분야가 점차 확대되고 있다.
- <16> 작은 크기의 티타니아 나노구조의 큰 표면적은 티타니아 기반의 소자구현에 장점을 가지고 있으며, 소자와 다른 재료사이의 표면 접촉을 촉진하는 작용을 한다. 광촉매 효율은 전자-홀 쌍의 표면반응과 재결합이 최적의 상태일 때 향상된다.
- <17> 그러나 루타일 티타니아 나노구조의 큰 밴드갭은 (3.0 eV) 비록 다양한 분야에 응용되지만 가시광선 영역에서 빛을 흡수하게 어렵기 때문에 상대적으로 덜 사용되고 있다.
- <18> 따라서, 가시광선대 영역의 밴드 갭을 가지는 다른 반도체 재료나 티타니아 나노구조를 개선하여 태양전지와 광촉매 특성의 조절 또는 향상시킬 필요가 있다.
- <19> 본 발명은 상기와 같은 문제점을 개선하기 위해 안출된 것으로서, 간단한 딥 코팅을 통해 티타니아 나노와이어 표면에 카드뮴 셀레나이드 나노분말을 붙여 표면적을 증가시켜 광촉매 특성을 향상시킨 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물 및 그 형성방법을 제공하는데 목적이 있다.

과제 해결수단

- <20> 상기와 같은 목적을 달성하기 위한 수단으로 본 발명에 따른 티타니아/셀레나이드 나노구조물 형성방법은 기판 상에 티타니아 나노와이어층이 형성된 제1기판을 형성하는 단계; 카드뮴셀레나이드 나노분말을 갖는 카드뮴셀레

나이드 혼합용액을 마련하는 단계; 상기 제1기판의 티타니아 나노와이어층에 상기 카드뮴셀레나이드 혼합용액을 코팅시켜 제2기판을 형성하는 단계; 상기 제2기판을 열처리하는 단계를 포함한다.

- <21> 상기 기판은 사파이어 기판 또는 티탄늄 기판인 것을 특징으로 한다.
- <22> 상기 티타니아 나노와이어층은 화학기상증착법 또는 스퍼터링으로 형성되는 것을 특징으로 한다.
- <23> 여기서, 상기 티타니아 나노와이어층의 형성방법은 버블링시스템을 마련하는 단계; 상기 버블링시스템에 상기 기판을 안착시키는 단계; 상기 기판으로 분위기 가스를 제공하는 단계; 상기 기판으로 반응가스 및 상기 반응가스를 운반하는 운반가스를 제공하는 단계; 상기 기판 주변에 온도를 600℃ 내지 800℃로 5분 내지 20분간 유지하는 단계를 포함한다.
- <24> 상기 분위기 가스는 수소, 아르곤인 것을 특징으로 한다.
- <25> 상기 수소는 10sccm 내지 30sccm, 상기 아르곤은 50sccm 내지 150sccm를 상기 기판으로 제공하는 것을 특징으로 한다.
- <26> 상기 반응가스는 산소, $TiCl_4$ 인 것을 특징으로 한다.
- <27> 상기 산소는 0.1sccm 내지 1sccm 으로 상기 기판으로 제공하는 것을 특징으로 한다.
- <28> 상기 운반가스는 수소를 10sccm 내지 30sccm으로 상기 $TiCl_4$ 를 상기 기판으로 운반하는 것을 특징으로 한다.
- <29> 여기서, 상기 카드뮴셀레나이드 혼합용액은 글러브 박스에서 질소분위기로 산화카드뮴, 파라핀 오일과 올렉산을 혼합하고 아르곤 분위기에서 충분히 녹을 때까지 150℃ 내지 170℃를 유지시켜 제1혼합용액을 형성하는 단계; 세레늄 금속과 파라핀 오일을 혼합하고 충분히 녹을 때까지 200℃ 내지 240℃를 유지시켜 제2혼합용액을 형성하는 단계; 상기 제1혼합용액을 200℃ 내지 240℃로 가열하여 상기 제2혼합용액과 혼합하여 카드뮴셀레나이드 혼합용액을 형성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- <30> 상기 제1혼합용액은 상기 산화카드뮴이 640mg, 상기 파라핀 오일이 45ml, 상기 올렉산이 5ml이 첨가되는 것을 특징으로 한다.
- <31> 상기 제2혼합용액은 세레늄 금속이 2mM가 첨가되는 것을 특징으로 한다.
- <32> 상기 코팅공정은 딥 코팅으로 제2기판을 형성하는 것을 특징으로 한다.
- <33> 상기 열처리공정은 10분 내지 50분 동안 500℃ 내지 700℃에서 제2기판을 열처리하는 것을 특징으로 한다.
- <34> 상기 열처리공정은 상기 티타니아 나노와이어층과 상기 카드뮴셀레나이드 간에 결합력을 향상시키는 것을 특징으로 한다.
- <35> 상기 열처리공정은 상기 제2기판에 존재하는 유기물을 제거하는 것을 특징으로 한다.
- <36> 상기 티타니아 나노와이어층은 5 μ m 내지 10 μ m의 두께로 형성되는 것을 특징으로 한다.
- <37> 상기 티타니아 나노와이어층을 이루는 티타니아 나노와이어는 직경이 50 내지 70nm인 것을 특징으로 한다.
- <38> 상기 카드뮴 셀레나이드 나노분말은 5-20 nm의 직경으로 형성되는 것을 특징으로 한다.
- <39> 상기 카드뮴 셀레나이드 나노분말은 티타니아 나노와이어 표면에 점착되어 형성되는 것을 특징으로 한다.
- <40> 상기 티타니아/카드뮴셀레나이드는 UV-Visible 흡광 주 피크(peak)가 약 340nm 내지 370nm인 것을 특징으로 한다.
- <41> 한편, 상기와 같은 목적을 달성하기 위하여 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물은 상기한 형성방법으로 형성된 것을 특징으로 한다.

효 과

- <42> 상기한 바와 같이 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물 및 그 형성방법은 티타니아 나노와이어에 카드뮴셀레나이드 나노분말을 붙여 표면적을 증가시킴으로써 광학적, 광촉매적 특성을 향상시킬 수 있는 효과가 있다.
- <43> 또한, 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물의 형성방법은 티타니아 나노와이어를 이용하여

용이하게 티타니아/카드뮴셀레나이드를 합성할 수 있는 효과가 있다.

<44> 또한, 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물의 형성방법은 열처리공정의 온도를 저감시킴으로써 생산원가를 절감할 수 있는 효과가 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

<45> 이하, 첨부된 도면들을 참조하여 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물 및 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물 형성방법은 다음의 실시예를 통해서 설명한다.

<46> 이러한 과정에서 도면에 도시된 선들의 두께나 구성요소의 크기 등은 설명의 명료성과 편의상 과장되게 도시되어 있을 수 있다.

<47> 또한, 후술되는 용어들은 본 발명에서의 기능을 고려하여 정의된 용어들로써, 이는 사용자, 운용자의 의도 또는 관례에 따라 달라질 수 있다.

<48> 그러므로, 이러한 용어들에 대한 정의는 본 명세서 전반에 걸친 내용을 토대로 내려져야 할 것이다.

<49> 한편, 설명의 편의상 종래 발명과 구성 및 작용이 동일한 부분은 동일한 부호 또는 명칭을 사용한다.

<50> 도 1 및 도 2a 내지 도 2e는 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물의 형성방법을 도시한 도면이다.

<51> 여기서 도 1은 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물의 형성방법의 순서도이고, 도 2a 내지 도 2e는 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물의 형성방법의 공정도이다. 도 1 및 도 2a 내지 도 2e는 서로 매칭시켜 설명하기로 한다.

<52> 도 1 및 도 2a에 도시된 바와 같이, 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물을 형성하기 위해 기판(110)을 마련하고 상기 기판(110) 상에 티타니아 나노와이어층(120)을 성장시켜 제1기판(100)을 형성하는 단계를 실시한다. (S100)

<53> 상기 기판(110)은 사파이어기판 또는 타이타늄 기판을 마련할 수 있다.

<54> 상기 기판(110) 상에 형성되는 티타니아 나노와이어층(120)은 화학기상증착법 스퍼터링 등으로 상기 티타니아 나노와이어층(120)을 형성할 수 있다. 여기서는 실시예로써 화학기상증착법으로 상기 티타니아 나노와이어층을 형성하는 것으로 설명하기로 한다.

<55> 화학기상증착법으로 상기 티타니아 나노와이어층(120)을 형성하기 위해 버블링시스템을 마련한다. 그리고 상기 버블링시스템에 상기 기판(110)을 안착시킨다.

<56> 상기 기판(110)으로 분위기 가스를 제공한다. 상기 분위기 가스는 수소, 아르곤 가스 등을 사용할 수 있다. 그리고 상기 수소가스는 10sccm 내지 30sccm, 상기 아르곤 가스는 50sccm 내지 150sccm를 상기 기판으로 제공할 수 있다.

<57> 상기 기판(110)으로 반응가스 및 상기 반응가스를 운반하는 운반가스를 제공한다.

<58> 상기 반응가스는 산소가스, $TiCl_4$ 등을 사용할 수 있다. 여기서 상기 산소가스는 0.1sccm 내지 1sccm으로 상기 기판으로 제공할 수 있다.

<59> 그리고 상기 운반가스는 수소가스 등을 사용할 수 있으며, 상기 수소가스를 10sccm 내지 30sccm으로 반응가스인 상기 $TiCl_4$ 를 상기 기판으로 운반할 수 있다.

<60> 상기 기판 주변에 온도를 600℃ 내지 800℃로 5분 내지 20분간 유지시켜 상기 기판(110) 상에 티타니아 나노와이어를 성장시킨다.

<61> 여기서 상기 티타니아 나노와이어는 직경이 50nm 내지 70nm로 형성될 수 있다.

<62> 이와 같이, 상기 기판(110) 상에 성장되는 티타니아 나노와이어는 티타니아나노와이어층(120)을 성장시켜 제1기판(100)을 형성하게 된다. 여기서 상기 티타니아 나노와이어층(120)은 5 μm 내지 10 μm 의 두께로 형성될 수 있다.

<63> 도 1 및 도 2b에 도시된 바와 같이, 카드뮴 셀레나이드 혼합용액을 마련하는 단계를 실시한다. (S200)

<64> 상기 카드뮴 셀레나이드 혼합용액(230)을 마련하기 위해서 제1혼합용액(210)과 제2혼합용액(220)을 마련하고 상

기 제1혼합용액(210)과 상기 제2혼합용액(220)을 혼합시킨다.

- <65> 상기 제1혼합용액(210)을 형성하기 위해서 산화카드뮴과 파라핀과 올렉산을 혼합한다.
- <66> 여기서 본 발명의 실시예를 위해서 산화카드뮴은 640mg과 파라핀 오일을 45ml, 올렉산을 5ml를 질소분위기로 글로브박스에서 혼합한다.
- <67> 그리고 아르곤 분위기에서 150℃ 내지 170℃ 온도로 가열하여 소정시간 동안 유지시켜 제1혼합용액을 형성한다.
- <68> 한편, 상기 제2혼합용액(220)을 형성하기 위해서 파라핀 오일을 녹여 셀레늄 메탈을 혼합시킨다. 여기서 상기 셀레늄 메탈은 2mM를 사용했고, 상기 파라핀 오일을 200℃ 내지 240℃로 가열시키고 소정시간 동안 유지시켜 상기 제2혼합용액을 형성한다.
- <69> 이와 같이 마련된 제1혼합용액(210)과 상기 제2혼합용액(220)을 혼합시키는 공정을 실시한다. 여기서 상기 제1혼합용액(210)과 상기 제2혼합용액(220)은 서로 상이한 온도로 유지되어 있기 때문에 상기 제1혼합용액(210)을 200℃ 내지 240℃로 가열하여 상기 제1혼합용액(210)과 상기 제2혼합용액(220)을 혼합시키게 된다.
- <70> 상기와 같이 상기 제1혼합용액(210)과 상기 제2혼합용액(220)을 혼합하는 혼합공정을 거쳐 카드뮴셀레나이드 혼합용액(230)을 형성할 수 있다.
- <71> 여기서 상기 카드뮴셀레나이드 혼합용액(230)의 형성은 설명의 편의를 위해 도 2a의 다음 공정으로 도 2b를 설명하지만 실질적으로 카드뮴셀레나이드 혼합용액(230)의 형성단계는 상기 제1기판(100)을 형성단계와 동시에 마련할 수도 있다.
- <72> 도 1 및 도 2c에 도시된 바와 같이, 상기 제1기판(100)의 표면에 상기 카드뮴셀레나이드 혼합용액(230)을 코팅시켜 제2기판을 형성한다. (S300)
- <73> 상기 제2기판을 형성하기 위해서 상기 카드뮴셀레나이드 혼합용액(230)에 상기 제1기판(100)을 담그는 공정을 실시한다. 이와 같이 상기 카드뮴셀레나이드 혼합용액(230)에 상기 제1기판(100)을 담그는 공정에 의해서 상기 제1기판(100)의 표면에는 카드뮴셀레나이드 혼합용액(230)이 코팅된다.
- <74> 도 1 및 도 2d에 도시된 바와 같이, 상기 제2기판(200)을 열처리하는 공정을 실시한다. (S400)
- <75> 상기 제1기판(100)의 표면에는 카드뮴셀레나이드 혼합용액(230)이 코팅되어 티타니아 나노와이어와 카드뮴셀레나이드 혼합용액이 혼합된 층(240)이 형성되어 있다.
- <76> 그런데 상기 카드뮴셀레나이드 혼합용액(230)과 상기 기판(110) 상에 형성되어 있는 티타니아 나노와이어층(120)은 결합력이 미세하여 결합력이 약하고, 게다가 상기 카드뮴셀레나이드 혼합용액(230)은 상기 카드뮴셀레나이드 혼합용액(230)을 형성하는 과정에서 사용된 다수의 유기물을 포함하고 있다.
- <77> 그래서 상기 티타니아 나노와이어와 상기 카드뮴셀레나이드 나노분말의 물질 간에 결합력을 강화시키면서 상기 유기물을 저감시킬 수 있는 열처리공정을 실시하게 된다.
- <78> 상기 열처리공정은 상기 두 물질 간의 결합력을 강화시키고 유기물을 저감할 수 있는 온도 500℃ 내지 700℃에서 10분 내지 50분간 열처리를 실시하게 된다.
- <79> 이와 같이, 상기한 공정을 실시하여 도 2e에 도시된 바와 같이, 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물(10)을 형성할 수 있다.
- <80> 상기 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물(10)은 상기 기판(110) 상에 티타니아 나노와이어에 상기 카드뮴셀레나이드 나노분말은 5-20 nm의 직경으로 코팅된 티타니아/카드뮴셀레나이드층(250)을 포함한다.
- <81> 도 3a는 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물을 도시한 도면이고, 도 3b는 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물의 메카니즘을 설명하기 위한 도면이다.
- <82> 도 3a를 참조하면, 본 발명에 따른 티타니아/셀레나이드 나노구조물(10)은 기판(110) 상에 티타니아 나노와이어(120)의 표면에 카드뮴셀레나이드 나노분말(260)이 붙어서 형성된 티타니아/카드뮴셀레나이드층(250)을 포함한다.
- <83> 상기 티타니아/셀레나이드층(250) 및 티타니아 나노와이어층(120)은 5μm 내지 10μm의 두께로 형성될 수 있다. 이는 상기 티타니아 나노와이어에 상기 카드뮴셀레나이드 나노분말(260)이 붙어서 형성되기 때문이다.

- <84> 또한, 상기 티타니아 나노와이어층(120)을 이루는 티타니아 나노와이어는 직경이 50nm 내지 70nm으로 형성될 수 있다.
- <85> 한편, 상기 카드뮴 셀레나이드 나노분말(260)은 5-20 nm의 직경으로 형성될 수 있다.
- <86> 이와 같이, 상기 티타니아 나노와이어의 표면에 카드뮴셀레나이드 나노분말(260)이 붙어 티타니아/카드뮴셀레나이드층(250)이 형성되기 때문에 표면적이 증가할 수 있게 된다.
- <87> 상기 증가한 표면적은 광촉매 효율을 증가시킬 수 있다.
- <88> 도 3b를 참조하면, 도 3b는 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조의 광촉매 형성 메커니즘을 도시한 도면으로 두 재료 즉, 티타니아 나노와이어와 카드뮴셀레나이드의 에너지 밴드갭으로 표현할 수 있다.
- <89> 상기 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물에 광을 제공하게 되면, 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물은 광에너지흡수로 인해 티타니아 나노와이어와 카드뮴셀레나이드의 각각은 전도대(conduction band)에서 전자가 형성되고 원자가밴드(valence band)에 홀이 형성된다.
- <90> 이와 같이 생성된 전자와 홀은 상기 티타니아 나노와이어와 카드뮴셀레나이드 표면을 통해 이동된다.
- <91> 카드뮴 셀레나이드 나노분말에서 발생된 전자는 티타니아 나노와이어의 전도대(conduction band)로 이동될 수 있다.
- <92> 이때 티타니아 나노와이어는 홀과 재결합을 하지 않고 전도대에서 환원 반응에 참여한다. 또한 발생된 홀은 표면을 따라 이동하고 산화/환원 반응에 참여한다.
- <93> 따라서 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물은 표면적이 증가함에 따라 광촉매 반응에 필요한 산화환원 반응이 티타니아 단일 재료에서보다 활발하게 진행될 수 있다.
- <94> 이와 같이, 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물의 형성방법은 티타니아 나노와이어를 이용하여 용이하게 티타니아/카드뮴셀레나이드를 합성할 수 있는 효과가 있다.
- <95> 또한, 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물의 형성방법은 열처리공정의 온도를 저감시킴으로써 생산원가를 절감할 수 있는 효과가 있다.

실시예

- <96> 본 발명의 실시예에서는 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물의 특성을 조사하였으며, 비교대상으로 종래의 티타니아에 대해서 실험하였다. 여기서 상기 티타니아 및 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴셀레나이드층은 티타늄기판에 형성시켰다.
- <97> **상 분석**
- <98> 도 4는 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물의 XRD그래프이다.
- <99> 도 4를 참조하면, 비교대상의 티타니아 나노와이어의 XRD는 약간의 아나타제(anatase) 상과 함께 루타일(rutile) 상의 형성을 보여준다. 여기서 R은 루타일 상을 표시하고, A는 아나타제 상을 표시한다.
- <100> 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물은 높은 결정성의 루타일 상과 함께 약간의 징크 블렌드(zinc blende)가 측정되었다.
- <101> 여기서 상기 징크 블렌드는 카드뮴 셀레나이드 상을 관찰된다.
- <102> **미세구조분석**
- <103> 도 5a는 본 발명에 따른 비교대상인 티타니아 나노와이어 SEM 이미지를 도시한 도면이고, 도 5b는 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물의 SEM 이미지를 도시한 도면이다.
- <104> 도 5a를 참조하면, 티타니아 나노와이어의 길이는 5-10 nm으로 관찰되었으며, 직경은 50-70 nm으로 관찰되었다. 그리고 상기 티타니아는 표면이 매끄럽고 균일한 두께를 보여준다.
- <105> 반면에, 도 5b를 참조하면, 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물은 직경이 5-20nm으로 관찰되는 카드뮴 셀레나이드 나노분말이 티타니아 나노와이어 표면에 울퉁불퉁하게 붙어있다.
- <106> 또한, 티타니아 나노와이어에서 보다 티타니아/카드뮴 셀레나이드에서 높은 밀도가 관찰된다. 이것은 티타니아/

카드늄 셀레나이드 나노구조물에서 더 높은 표면적을 갖는다는 것을 나타낸다.

- <107> 도 6a 및 도 6b는 본 발명에 따른 비교대상인 티타니아 나노와이어의 TEM 사진이고, 도 6c 및 도 6d는 본 발명의 따른 티타니아/카드늄 셀레나이드 나노구조물의 TEM사진이다.
- <108> 도 6a 및 도 6b를 참조하면, 본 발명에 따른 비교대상인 단일 티타니아 나노와이어의 사진으로 직경이 약 70 nm 정도로 관찰되었다.
- <109> 그리고 티타니아 나노와이어의 고배율 이미지와 SAED 패턴은 티타니아가 완벽한 단결정 구조를 구성하고 있음을 알 수 있다.
- <110> 반면에, 도 6c 및 도 6d를 참조하면, 본 발명에 따른 티타니아/카드늄 셀레나이드 나노구조물은 많은 양의 카드늄 셀레나이드 나노크리스탈이 티타니아 나노와이어 표면에 분포하고 있음을 알 수 있다.
- <111> 그리고, 도 6d의 SAED 패턴에서는 티타니아 나노와이어의 스팟 패턴과 카드늄 셀레나이드 나노크리스탈의 링 패턴이 함께 나타남을 보여준다.
- <112> **광분해 특성 분석**
- <113> 도 7은 본 발명에 따른 티타니아/카드늄 셀레나이드 나노구조의 UV-visible 특성을 나타낸 그래프이다.
- <114> 도 7을 참조하면, 본 발명에 따른 티타니아/카드늄셀레나이드 나노구조물의 UV-Visible 흡광 주 피크(peak)는 340nm 내지 370nm으로 측정되었다. 자세히는 353nm가 측정되었다.
- <115> 여기서 비교대상의 티타니아 나노와이어의 흡광 피크 약 335 nm와 비교해 약간 장파장으로 이동한 것을 알 수 있다.
- <116> 또한, 본 발명에 따른 티타니아/카드늄 셀레나이드 나노구조물에서 약간의 664nm의 UV-Visible 흡광 피크는 관측되었다. 이것은 티타니아 나노와이어의 표면에 붙여진 카드늄 셀레나이드 나노크리스탈에서 관측되는 것임을 알 수 있다.
- <117> 도 8은 본 발명에 따른 티타니아/카드늄 셀레나이드 나노구조의 수용액 메틸렌 블루의 광분해 효율 특성을 나타낸 그래프이다.
- <118> 여기서 메틸렌 블루의 분해에 의해 청색의 수용액은 태양 광 조사와 유사한 광촉매 활동도에 의해 점진적으로 묽게 희석된다.
- <119> 도 8을 참조하면, 청색의 수용액에 담긴 티타니아 나노와이어 및 본 발명에 따른 티타니아/카드늄셀레나이드의 조사 시간에 따른 메틸렌 블루의 농도 감소를 보여진다. 메틸렌 블루의 자체 분해는 모의 태양광 조사 하에서 무시된다.
- <120> 상기 티타니아/카드늄셀레나이드 나노구조물이 담긴 수용액에서는 티타니아 나노와이어 기판이 담긴 수용액에서 보다 광분해가 빠르게 발생하는 것을 관찰할 수 있다.
- <121> 본 발명에 따른 티타니아/카드늄셀레나이드 나노구조물 및 그 형성방법은 티타니아 나노와이어에 카드늄셀레나이드 나노분말을 붙여 표면적을 증가시킴으로써 광학적, 광촉매적 특성을 향상시킬 수 있는 효과가 있다.

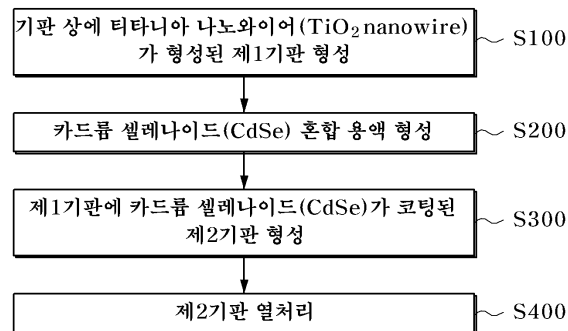
도면의 간단한 설명

- <122> 도 1은 본 발명에 따른 티타니아/카드늄 셀레나이드 나노구조물의 형성방법의 순서도.
- <123> 도 2a 내지 도 2e는 본 발명에 따른 티타니아/카드늄 셀레나이드 나노구조물의 형성방법의 공정도.
- <124> 도 3a는 본 발명에 따른 티타니아/카드늄셀레나이드 나노구조물을 도시한 도면.
- <125> 도 3b는 본 발명에 따른 티타니아/카드늄셀레나이드 나노구조물의 메카니즘을 설명하기 위한 도면.
- <126> 도 4는 본 발명에 따른 티타니아/카드늄 셀레나이드 나노구조물의 XRD그래프.
- <127> 도 5a는 본 발명에 따른 비교대상인 티타니아 나노와이어 SEM 이미지를 도시한 도면.
- <128> 도 5b는 본 발명에 따른 티타니아/카드늄 셀레나이드 나노구조물의 SEM 이미지를 도시한 도면.
- <129> 도 6a 및 도 6b는 본 발명에 따른 비교대상인 티타니아 나노와이어의 TEM 사진.

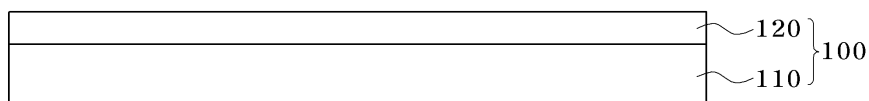
- <130> 도 6c 및 도 6d는 본 발명의 따른 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조물의 TEM사진.
- <131> 도 7은 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조의 UV-visible 특성을 나타낸 그래프.
- <132> 도 8은 본 발명에 따른 티타니아/카드뮴 셀레나이드 나노구조의 수용액 메틸렌 블루의 광분해 효율 특성을 나타낸 그래프.
- <133> *도면의 주요부분에 대한 부호의 설명*
- <134> 10 : 티타니아/카드뮴셀레나이드 나노구조물 100 : 제1기판
- <135> 110 : 기판 120 : 티타니아 나노와이어층
- <136> 200 : 제2기판 210 : 제1혼합용액
- <137> 220 : 제2혼합용액 230 : 카드뮴셀레나이드 혼합용액
- <138> 250 : 티타니아/카드뮴 셀레나이드층 260 : 카드뮴셀레나이드 나노분말

도면

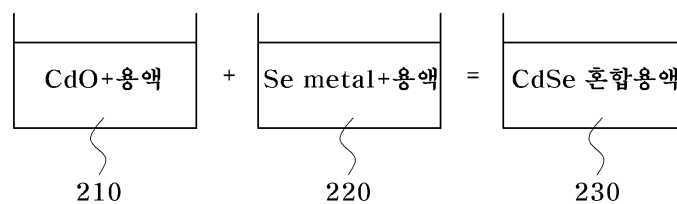
도면1



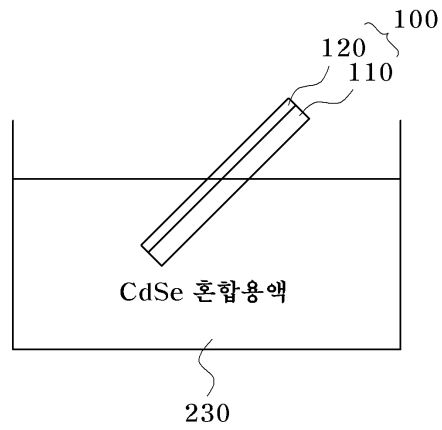
도면2a



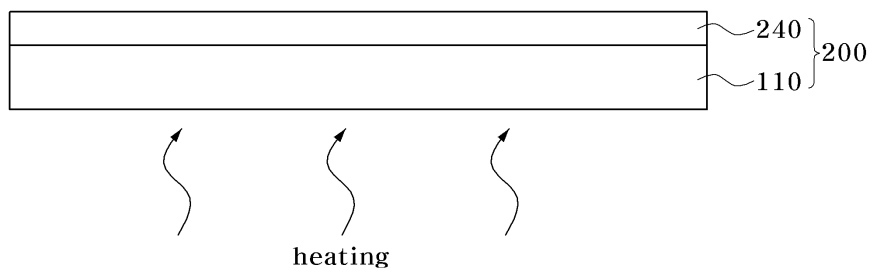
도면2b



도면2c

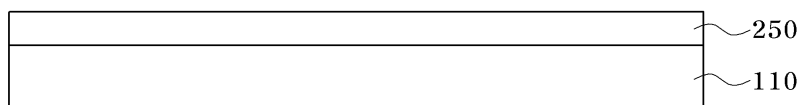


도면2d



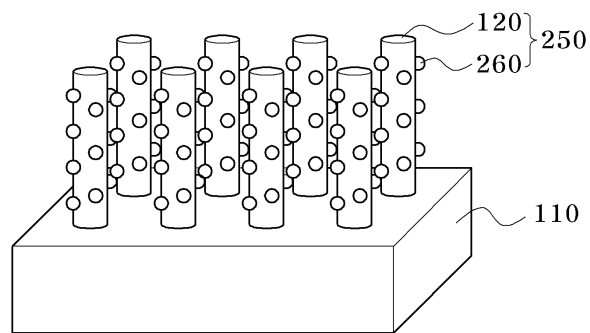
도면2e

10

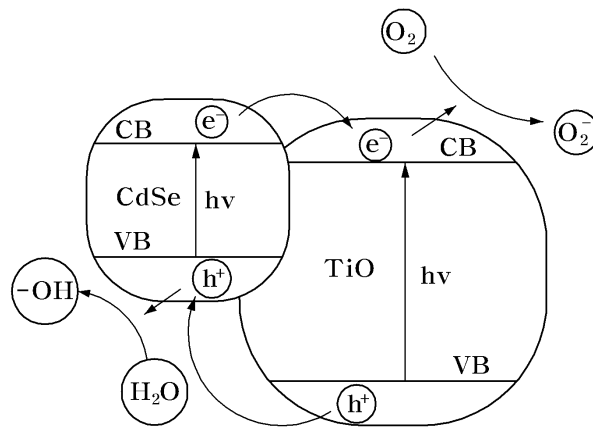


도면3a

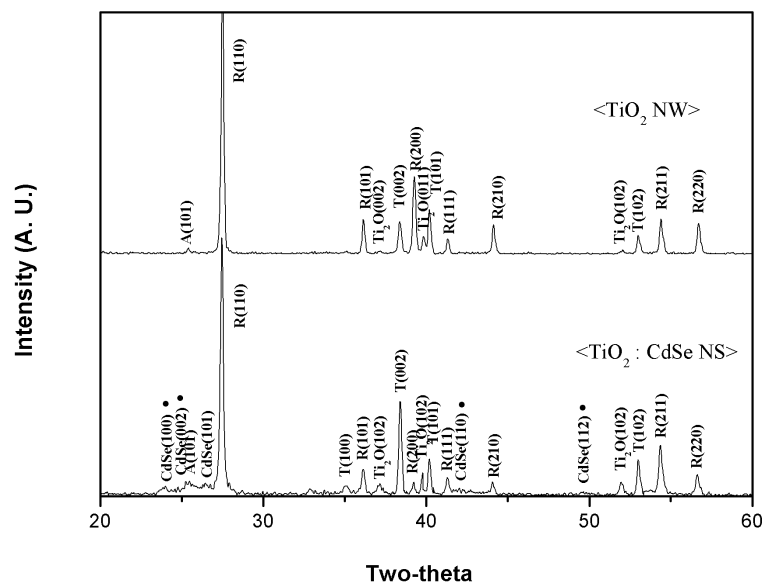
10



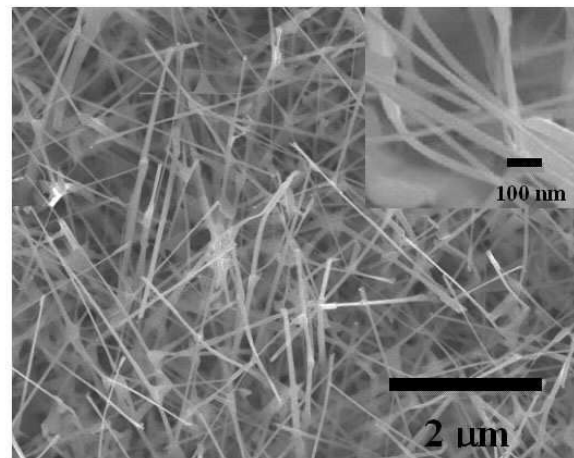
도면3b



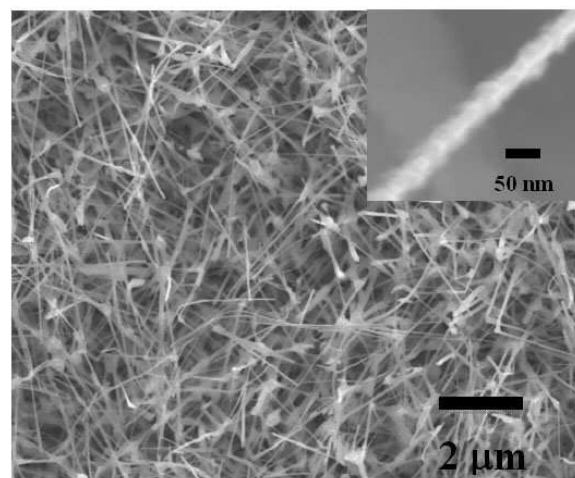
도면4



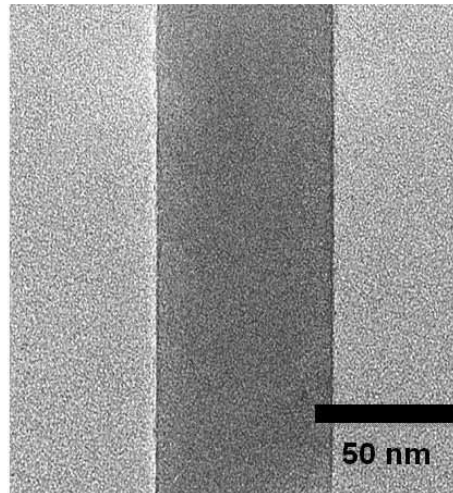
도면5a



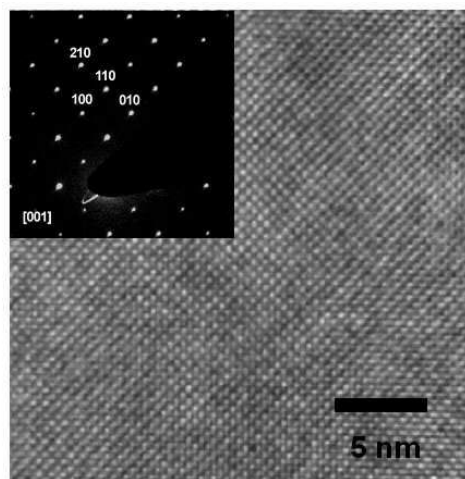
도면5b



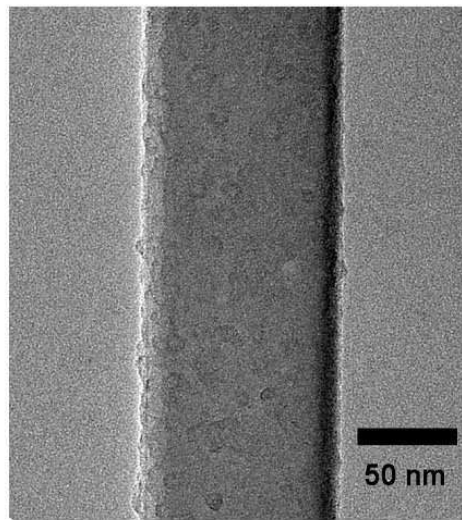
도면6a



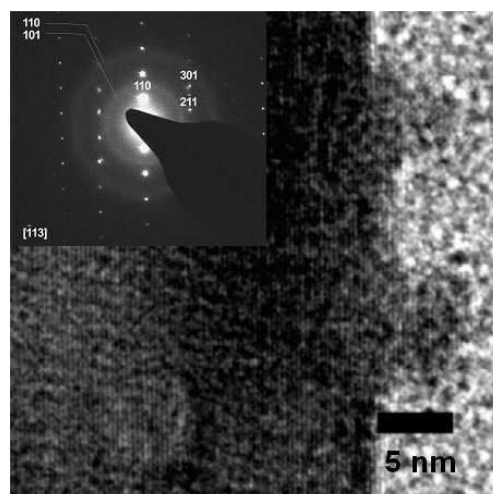
도면6b



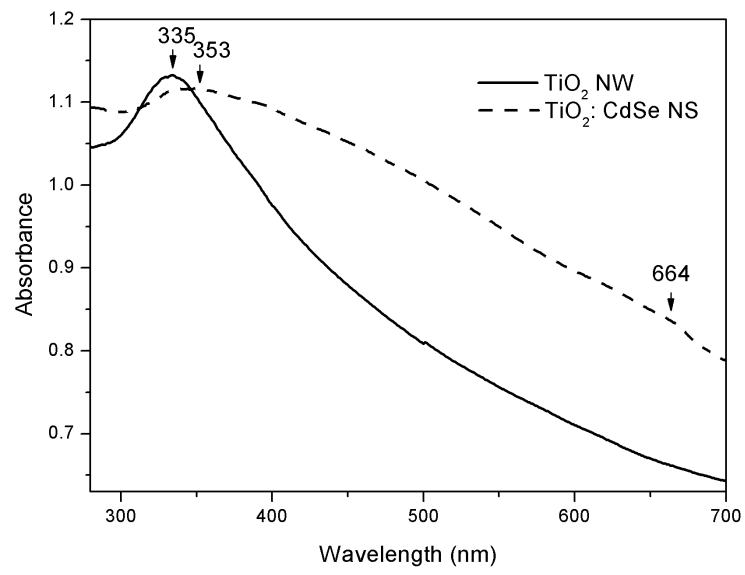
도면6c



도면6d



도면7



도면8

