



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2012년05월10일  
 (11) 등록번호 10-1144247  
 (24) 등록일자 2012년05월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
 C01G 9/03 (2006.01) B82B 3/00 (2006.01)  
 C01B 13/28 (2006.01)  
 (21) 출원번호 10-2010-0014340  
 (22) 출원일자 2010년02월17일  
 심사청구일자 2010년02월17일  
 (65) 공개번호 10-2011-0094748  
 (43) 공개일자 2011년08월24일  
 (56) 선행기술조사문헌  
 국제저널, Applied Surface Science Vol.255,  
 pp.5363-5367, 2009.  
 국제저널, Thin Solid Films, Vol.518,  
 pp.4113-4116, 2010, Available online  
 2009.11.17.  
 KR100838607 B1

(73) 특허권자  
**인하대학교 산학협력단**  
 인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)  
 (72) 발명자  
**박동화**  
 서울특별시 서초구 잠원동 65-32 한신7차 303동 204호  
**박지성**  
 인천광역시 남구 경인로42번길 30, 201호 (송의동)  
 (74) 대리인  
**이원희**

전체 청구항 수 : 총 5 항

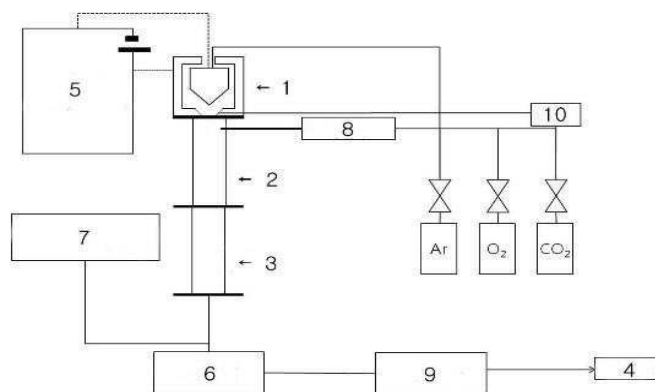
심사관 : 이진홍

(54) 발명의 명칭 **열플라즈마에 의한 이산화탄소 분해와 동시에 산화아연 나노입자를 제조하는 방법**

**(57) 요약**

본 발명은 반응가스로서의 이산화탄소를 열플라즈마 장치의 반응관(reaction tube)에 주입하는 단계(단계1); 주입된 이산화탄소를 플라즈마 제트로 분해시키는 단계(단계2); 캐리어 가스를 이용해 마이크로 사이즈의 아연분말을 열플라즈마 장치에 주입하여 용융, 기화시키는 단계(단계3); 열플라즈마에 의해 분해된 이산화탄소와 기화된 아연이 반응하여 산화아연을 생성시키는 단계(단계4); 및 생성된 산화아연을 냉각시켜 산화아연 나노입자를 제조하는 단계(단계5)를 포함하는 열플라즈마를 이용한 산화아연 나노입자의 제조방법 및 이에 의해 제조된 산화아연 나노입자에 관한 것으로, 본 발명에 따른 방법은 반응가스로서 이산화탄소를 분해시킴으로 지구 온난화를 완화하는데 도움을 줄 수 있으며, 고온, 고효율 등의 특징을 갖는 열플라즈마를 사용함으로써 후처리 과정을 고려할 필요가 없을 뿐 아니라 2차 오염 물질의 생성 우려가 없으며, 짧은 시간에 이산화탄소를 분해할 수 있어 효율성도 다른 방법에 비하여 우수하고, 본 발명에 따른 방법으로 합성된 산화아연은 단순히 산소와 반응하여 합성된 산화아연보다 자외선/가시광선영역에서 뛰어난 광촉매적 활성을 지닌다.

**대표도** - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 39090-01

부처명 지식경제부

연구사업명 지역혁신센터(RIC)사업

연구과제명 열플라즈마를 이용한 환경오염물질 처리공정

주관기관 인하대학교 산학협력단

연구기간 2009년 03월 01일 ~ 2010년 02월 28일

---

**특허청구의 범위**

**청구항 1**

반응가스로서의 이산화탄소를 1~3 L/분의 유량으로 열플라즈마 장치의 반응관(reaction tube)에 주입하는 단계(단계 1);

주입된 이산화탄소를 플라즈마 제트로 분해시키는 단계(단계 2);

산소인 캐리어 가스를 1 L/분의 유량조건하에서 이용해 마이크로 사이즈의 아연분말을 열플라즈마 장치에 주입하여 용융, 기화시키는 단계(단계 3);

열플라즈마에 의해 분해된 이산화탄소와 기화된 아연이 반응하여 산화아연을 생성시키는 단계(단계 4); 및

생성된 산화아연을 냉각시켜 산화아연 나노입자를 제조하는 단계(단계 5)를 포함하는 열플라즈마를 이용한 산화아연 나노입자의 제조방법.

**청구항 2**

제 1항에 있어서, 상기 단계 1의 이산화탄소는 플라즈마 제트 발생 노즐로부터 2 mm 이내에서 노즐 양쪽으로 동일한 가스량을 주입시키는 것을 특징으로 하는 열플라즈마를 이용한 산화아연 나노입자의 제조방법.

**청구항 3**

삭제

**청구항 4**

제 1항에 있어서, 상기 단계 3의 아연분말의 주입은 캐리어 가스를 사용하여 주입량을 일정하게 유지시키는 것을 특징으로 하는 열플라즈마를 이용한 산화아연 나노입자의 제조방법.

**청구항 5**

제 1항에 있어서, 상기 단계 5의 냉각은 냉각수로 급냉시키는 수냉 방식을 사용하는 것을 특징으로 하는 열플라즈마를 이용한 산화아연의 제조방법.

**청구항 6**

제 1항에 있어서, 상기 단계 1~5를 통해 제조되는 산화아연의 형상은 열플라즈마 장치의 반응관의 직경을 변화시켜 조절되는 것을 특징으로 하는 열플라즈마를 이용한 산화아연 나노입자의 제조방법.

**청구항 7**

삭제

**청구항 8**

삭제

**청구항 9**

삭제

청구항 10

삭제

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 열플라즈마를 이용하여 이산화탄소 분해와 동시에 산화아연 나노입자를 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 최근 수년간 재생 가능한 에너지와 같은 에너지, 환경에 대한 사회적 관심이 증가함에 따라 반도체, 태양 전지, 투명전극소재 등에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다.

[0003] 산화아연은 반도체로 각광받는 대표적인 금속 산화물로, 반도체, 태양전지, 투명전극소재 등에 사용이 가능하며 가시광선 투과율이 뛰어나고 3.3 eV의 밴드 갭을 가지고 있다. 또한 60 meV의 큰 엑시톤 결합에너지(exiton binding energy)를 갖는다. 상기 산화아연은 현재 광촉매로의 상용화 정도가 가장 활발한 이산화티탄(TiO<sub>2</sub>)의 대체 물질로 주목받고 있으며 이에 따라 산화아연에 대한 연구가 아주 활발하다.

[0004] 산화아연을 제조하는 방법은 출발상의 종류에 따라 고상, 액상, 기상합성법 등이 있다. 상기 산화아연은 제조 방법에 따라 다양한 형태로 합성된다. 또한 그 형태에 따라 갖는 물리적인 성질이 약간씩 다른데, 현재 이산화티탄(TiO<sub>2</sub>)의 대체물질로 사용하기에는 아직 극복해야 하는 점이 많고 따라서 그 물성을 향상시키기 위한 연구가 다양하게 진행 중이다. 대표적으로 산화아연은 광부식성을 갖기 때문에 빛을 받으면 분해가 되고, 화학적인 안정성도 이산화티탄(TiO<sub>2</sub>)에 비해 낮다. 또한 태양광의 10% 이하인 자외선(UV)만을 흡수한다. 따라서 광 효율을 증가시키기 위해 태양광의 45% 이상을 차지하는 가시광선영역에서의 흡수를 높여 광 효율을 증가시키는 것이야말로 중요한 이슈라고 하겠다. 이는 산화아연의 형태나 산화아연의 합성에 다른 물질을 첨가하여 도핑 시키는 등의 테마로 연구되고 있는데 본 발명은 반응관의 직경, 반응 가스의 유량변화 및 운반가스의 종류를 달리하여 합성된 산화아연의 형태 및 그 광활성에 관한 것이다.

[0005]

[0006] 지구 온난화로 인한 각종 기상이변의 속출로 각종 환경 단체 및 UN의 관심이 높아지고 사회적 규제의 출범에 따라 온실가스 배출 감축, 고정화 및 처리에 대한 연구 또한 다양하게 진행되고 있다. 전 세계적으로 가장 대표적인 온실가스인 이산화탄소(CO<sub>2</sub>)의 저감 및 처리에 대한 연구가 활발하다.

[0007] 종전의 이산화탄소 처리 방법으로는 이산화탄소를 포집, 저장 및 고정화 기술을 통해 회수하는 방법이 있지만 고비용의 촉매를 사용해야만 가능하고, 효율을 향상시키기 위해 기체 분리공정을 거쳐야 하는데 기체 분리에 의한 비용이 따르고 그 회수율이 높지 않기 때문에 발생한 이산화탄소를 직접 분해하는 방법만큼 좋지는 않다.

[0008] 본 발명은 열플라즈마를 이용하여 이산화탄소를 단순히 회수하는 것이 아니라 최근 관심이 증가하고 있는 산화아연을 만드는 원료로 사용하여 이산화탄소 자체를 아예 분해하여 종전과는 다른 방법으로 이산화탄소를 사용함으로써 지구 온난화 가스로 골칫덩이였던 이산화탄소를 훌륭한 자원으로 활용하고자 하였다.

[0009] 플라즈마 공정은 기존의 화학 공정에 비해 다양한 장점을 가지고 있다. 금속산화물을 만드는 공정에서는 원료물질이 고온, 고에너지 활성을 갖는 플라즈마 영역에서 쉽게 기화되기 때문에 반응 시간이 빠르다. 또한 반응에 유기용매 등을 사용하지 않아 생성물에서 따로 용매 등을 제거할 필요가 없고, 환경오염원을 발생시키지 않는다. 생성물은 또한 큰 온도구배로 인하여 급냉되기 때문에 생성 입자 또한 나노 크기 정도까지 제어할 수 있다. 이산화탄소는 기존의 공정으로는 그 분해가 매우 어렵지만 고 에너지 활성을 갖는 플라즈마의 특성을 이용하여 분해가 가능하다.

[0010] 이에, 본 발명자들은 지구온난화의 주요 요인이 되는 이산화탄소를 효과적으로 처리하고 종래 산화아연 분말을 제조하는 과정에서의 문제점을 해결하고자 연구한 결과, 열플라즈마를 사용하여 이산화탄소를 분해하는 동시에 산화아연 나노입자를 제조할 수 있음을 알아내고, 본 발명을 완성하였다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0011] 본 발명의 목적은 열플라즈마를 이용한 산화아연 나노입자의 제조방법을 제공하는 데 있다.  
 [0012] 본 발명의 다른 목적은 상기 방법에 의해 제조된 산화아연 나노입자를 제공하는 데 있다.

**과제의 해결 수단**

[0013] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 반응가스로서의 이산화탄소를 열플라즈마 장치의 반응관(reaction tube)에 주입하는 단계(단계1); 주입된 이산화탄소를 플라즈마 제트로 분해시키는 단계(단계2); 캐리어 가스를 이용해 마이크로 사이즈의 아연분말을 열플라즈마 장치에 주입하여 용융, 기화시키는 단계(단계3); 열플라즈마에 의해 분해된 이산화탄소와 기화된 아연이 반응하여 산화아연을 생성시키는 단계(단계4); 및 생성된 산화아연을 냉각시켜 산화아연 나노입자를 제조하는 단계(단계5)를 포함하는 열플라즈마를 이용한 산화아연 나노입자의 제조방법을 제공한다.  
 [0014] 또한, 본 발명은 상기 방법으로 제조된 산화아연 나노입자를 제공한다.

**발명의 효과**

[0015] 본 발명에 따른 방법은 반응가스로서 이산화탄소를 분해시키므로 지구온난화를 완화하는데 도움을 줄 수 있으며, 고온, 고회성 등의 특징을 갖는 열플라즈마를 사용함으로써 별다른 유기용매 등의 사용이 없고 후처리 및 다른 오염물질의 생성 없이 짧은 시간에 산화아연 나노입자를 제조할 수 있어 환경적, 경제적으로 유리하다. 또한 분해가 어려운 이산화탄소를 열플라즈마를 이용하여 직접 분해하여 환경적이고 흡수나 분리를 통해 이루어지는 이산화탄소의 처리 공정에 비해 촉매나 고가의 막이 필요 없고 효율을 증가시키기 위한 다른 추가적인 처리공정이 불필요하며 상업에서 공정이 이루어지므로 상당히 경제적이다. 나아가 본 발명에 따른 방법으로 합성된 산화아연 나노입자는 단순히 산소와 반응하여 합성된 산화아연보다 광촉매적 활성이 우수하며 높은 비표면적과 결정성을 갖으므로 광촉매로서 유용하게 사용될 수 있다.

**도면의 간단한 설명**

[0016] 도 1은 본 발명의 일실시예에 따른 이산화탄소를 이용해 합성한 산화아연 나노분말의 제조에 사용되는 장치를 나타내는 사시도이고,  
 도 2은 본 발명의 일실시예에 따라 이산화탄소를 이용해 반응가스인 이산화탄소의 유량을 변화시키면서 합성한 산화아연 나노분말의 X선 회절 분석 그래프이고;  
 도 3은 본 발명의 일실시예에 따라 이산화탄소를 이용하고 아연의 운반가스 종류를 다르게 하여 합성한 산화아연 나노분말의 X선 회절 분석 그래프이고;  
 도 4는 본 발명의 일실시예에 따라 이산화탄소를 이용해 합성한 산화아연 나노분말의 주사전자현미경사진이고 ((a): 반응관의 직경이 10mm인 경우이고, (b): 반응관의 직경이 45mm인 경우의 주사전자현미경의 사진);  
 도 5는 본 발명의 일실시예에 따라 이산화탄소를 이용해 합성한 산화아연 나노분말의 투과전자현미경(TEM) 사진이다. 도 5의 (a)는 테트라 포드 형상의 산화아연 나노분말의 투과전자현미경 사진이고 (b)는 막대형의 산화아연 나노분말의 투과전자현미경 사진이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0017] 이하, 본 발명을 보다 상세히 설명한다.
- [0018] 본 발명은 반응가스로서의 이산화탄소를 열플라즈마 장치의 반응관(reaction tube)에 주입하는 단계(단계 1);
- [0019] 주입된 이산화탄소를 플라즈마 제트로 분해시키는 단계(단계 2);
- [0020] 캐리어 가스를 이용해 마이크로 사이즈의 아연분말을 열플라즈마 장치에 주입하여 용융, 기화시키는 단계(단계 3);
- [0021] 열플라즈마에 의해 분해된 이산화탄소와 기화된 아연이 반응하여 산화아연을 생성시키는 단계(단계 4); 및
- [0022] 생성된 산화아연을 냉각시켜 산화아연 나노입자를 제조하는 단계(단계 5)를 포함하는 열플라즈마를 이용한 산화아연 나노입자의 제조방법을 제공한다.
  
- [0023] 본 발명의 일 실시형태에 있어서, 사용되는 열플라즈마 장치는 도 1에 나타난 바와 같이, 이산화탄소를 분해시키기 위한 열원을 공급하는 플라즈마 토치부(1)와; 이산화탄소와 마이크로사이즈의 아연금속 분말이 주입되며, 이산화탄소가 분해되고 아연과 반응하는 반응관(2)과 냉각관(3), 반응 후 발생하는 폐가스를 배출시키는 배기부(4), 토치부(1)에 전원을 공급하는 전원공급장치(5)로 구성되며, 전원으로는 직류를 사용하고 전압은 40V, 전류는 150~300A의 범위 내에서 사용한다. 토치부(1)는 텅스텐 음극봉(미도시)과 양극노즐(미도시)을 사용하며, 상기 양극노즐과 음극봉 사이에 아르곤 가스를 흘려 플라즈마 제트를 발생시킨다. 또한 토치부를 열로부터 보호하기 위하여 양쪽의 전극을 수냉시키도록 하고 있다. 반응관(2)은 스테인레스 이중관으로 되어있다. 배기부(4)로 배출되는 가스를 스크러버(6)를 통해 처리한 후 가스크로마토그래피(7)를 이용하여 이산화탄소 분해율을 측정한다.
  
- [0024] 이하, 본 발명에 따른 산화아연 나노입자의 제조방법을 단계별로 설명한다.
  
- [0025] 단계 1은 이산화탄소를 열플라즈마 장치의 반응관(2)에 주입하는 단계이다.
- [0026] 상기 이산화탄소는 두 개의 노즐을 통해 동일 양으로 분배하여 주입시키는 것이 바람직하다. 이는 플라즈마 영역에서 이산화탄소가 치우침 없이 고루 주입될 수 있도록 하기 위함이다.
- [0027] 본 발명에 따른 방법에 있어서, 상기 이산화탄소는 원활하게 분해될 수 있도록 플라즈마 제트 노즐로부터 2 mm 이내의 간격을 유지하면서 주입시키는 것이 바람직하고, 1~2 mm 이내인 것이 더욱 바람직하다. 만일 상기 주입 위치가 2 mm를 벗어나게 되면 플라즈마에 따른 분해 및 반응이 바람직하게 일어나지 않는 문제가 있다.
  
- [0028] 다음으로 단계 2는 상기 열플라즈마 장치 내에서 이산화탄소를 분해하는 단계이다.
- [0029] 상기 단계에서 사용되는 열원은 직류 열플라즈마 장치(도 1)에 의한 열플라즈마이다. 열플라즈마(thermal plasma)는 직류 아크나 고주파 유도결합 방전을 이용하는 플라즈마 토치에서 발생시킨 전자, 이온, 원자와 분자로 구성된 이온화 기체로, 수천에서 수만 K에 이르는 초고온과 높은 열용량을 가진 고속 제트 불꽃 형태를 띠고 있어서 고체, 액체, 기체와는 전혀 다른 극한적인 물리화학적 특성을 갖는 제 4의 물질의 상태이다.
- [0030] 본 발명의 열플라즈마 장치에서는 열플라즈마 발생 기체로 아르곤 가스,
- [0031] 공기, 질소 가스를 사용할 수 있고, 특히 아르곤 가스를 사용하는 것이 바람직하다. 아르곤은 8족 원소이기 때문에 비교적 적은 에너지에 의해서도 전자의 방출이 용이하며 비활성 기체로 화학반응에 거의 영향이 없으므로 열플라즈마의 발생에 가장 널리 사용된다. 열플라즈마 장치의 전원공급장치(5)의 음극과 양극의 전기에너지에 의해 아크가 형성되고 열플라즈마 발생기체로 사용된 아르곤 가스에 의하여 약 10,000 K의 초고온 플라즈마가 생성된다. 이러한 열플라즈마에 의하여 발생된 초고온의 온도는 열처리방식이나 연소방식에 의해 발생된 온도보다 훨씬 높다. 또한, 아르곤 가스는 다른 반응가스와 반응하지 않아 부산물을 배출하지 않는다.
- [0032] 상기 단계 2에서는 단계 1에서 주입된 이산화탄소가 상기 열플라즈마 장치 내에서 발생하는 열플라즈마에 의하

여 분해되어 산소와 탄소로 이온화된다. 이때, 상기 열플라즈마에 의해 분해되는 이산화탄소의 분해율을 향상시키기 위해 질량유량제어기(10)를 통해 이산화탄소의 유량을 1~3 L/분으로 조절하는 것이 바람직하다.

[0033] 상기 이산화탄소는 지구온난화의 주요인으로, 지표면으로부터 방출되는 적외선을 흡수하여 대기의 온도를 상승시키고 이로 인한 기후변화, 생태계 파괴 등을 초래하는 기체이다. 따라서 이산화탄소의 분해는 지구온난화의 악화를 막을 수 있으며, 분해 시 생성되는 산소는 산화아연을 합성하는데 원료물질이 된다. 이때, 이산화탄소 주입구에는 질량유량제어기(Mass Flow Controller; MFC)를 설치하여, 이산화탄소의 유량에 따른 이산화탄소 분해율을 확인할 수 있다.

[0034] 다음으로 단계 3은 캐리어 가스를 이용해 마이크로 사이즈 아연분말을 열플라즈마 장치에 주입하여 용융, 기화시키는 단계이다. 상기 아연의 주입량을 일정하게 유지하기 위하여 캐리어 가스를 이용할 수 있다. 상기 캐리어 가스는 반응에 참여하지 않는 가스를 사용하는 것이 바람직하다. 캐리어 가스의 예로는 아르곤, 산소, 이산화탄소 등을 들 수 있다.

[0035] 다음으로 단계 4는 열플라즈마에 의해 분해된 이산화탄소와 기화된 아연이 반응하여 산화아연을 생성시키는 단계이다. 이때, 이산화탄소가 분해될 때 발생하는 산소 라디칼을 이용해 산화아연을 합성하는 산소 소스를 얻는다.

[0036] 상기 마이크로크기의 아연분말은 플라즈마 영역에서 기화하여 이산화탄소가 플라즈마 제트 영역에서 해리되었다가 재결합하는 과정에서 산소와 먼저 반응하여 탄소가 산소와 재결합하는 것을 방지하는 역할을 하며, 산화아연 합성 시 반응물질 역할을 한다. 이때 아연을 플라즈마 영역까지 운반시켜주는 역할을 하는 캐리어 가스로는 반응에 참여하지 않는 비활성 가스를 사용하거나, 질소를 사용하여 주입하는 것이 바람직하다. 또한 아연분말을 일정량으로 주입하기 위하여 캐리어 가스 유량을 1~3L/분 정도로 유지하는 것도 바람직하다.

[0037] 이와 같이 이온화된 산소와 아연분말은 서로 결합하여 산화아연을 형성한다.

[0038] 다음으로 단계 5는 생성된 산화아연을 냉각시켜 산화아연 나노입자를 제조하는 단계이다.

[0039] 상기 단계 2에서 이산화탄소가 분해되어 생성된 산소원소는 아연분말과 결합하게 되며, 냉각관(3)에서 냉각에 의해 산화아연 나노입자로 형성된다. 이때 냉각 공정은 형성되는 산화아연 결정화에 영향을 주어 나노크기의 나노입자가 생성될 수 있게 하기 위해 취하는 공정이다. 즉, 합성된 산화아연을 서서히 냉각(이하 "서냉"이라 한다)시킬 경우에는 산화아연의 입자 크기가 나노 크기 이상으로 증가하게 된다. 따라서, 본 발명에서는 합성된 산화아연을 냉각수로 급냉(이하 "수냉"이라 한다)시키는 공정이 바람직하다. 이때 냉각수의 온도는 15~25℃를 유지하여 기화된 산화아연의 온도를 급격하게 낮추는 것이 필요하다.

[0040] 또한, 본 발명은 상기 방법에 따라 제조된 산화아연을 제공한다.

[0041] 본 발명에 따른 제조방법에 따라 제조된 산화아연의 입자크기는 100 nm 이하의 나노입자이고, 그 형상은 나노분말, 나노막대, 테트라포드 등의 형상일 수 있다(도 4 및 도 5 참조). 또한 본발명에 따른 상기 산화아연 입자의 구조는 육방정계 우르차이트 구조(Hexagonal Wurtzite Structure)를 갖는다.

[0042] 상기 산화아연의 형상을 열플라즈마 장치의 반응관의 직경을 조절함으로써 다양하게 조절될 수 있다. 반응관의 직경이 작아질수록 나노분말의 형상이 얻어지고, 직경이 증가할수록 막대형상 또는 테트라 포드 형상이 얻어진다.

[0043] 따라서, 본 발명에 따라 제조된 산화아연은 육방정계 우르차이트 구조(Hexagonal Wurtzite Structure)로서 광촉매적 활성이 뛰어나며, 나노크기의 입자이기 때문에 표면적이 넓어 광활성을 증가시킬 수 있고, 새로운 기능으로 적용할 수 있다. 예를 들면 전기적 특성을 이용하여 도전재료나 센서재료로 응용이 가능하고, 광학적 특성을 이용하여 광흡수제나 광필터, 광촉매, 광섬유, 적외선 센서에 응용이 가능하다.

[0044] 이하, 본 발명을 실시예에 의하여 상세히 설명한다.

[0045] 단, 하기 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐 본 발명의 내용이 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.

[0046] **실시예1 : 열플라즈마를 이용한 산화아연의 합성**

[0047] 도 1의 열플라즈마 장치를 이용하여 산화아연을 합성하였다. 본 발명에서 사용된 열플라즈마 장치의 반응관(2)의 내경은 각각 10 mm, 45 mm로 두가지 종류이고 길이는 200 mm이며 내부에 냉각수가 흐르는 이중관으로 재질은 스테인레스 스틸이다. 냉각관(3) 또한 내부에는 냉각수가 흐르는 내경 8 mm, 길이는 800 mm의 구리재질로 이루어지는 이중관이다. 플라즈마 발생가스로는 아르곤을 사용하였으며 유량은 8 ℓ/m으로 고정하여 실험하였다. 플라즈마 전력은 7.5 kW로 일정하게 유지하였다. 이산화탄소의 유량은 각각 0.5, 1, 2 ℓ/m으로 질량유량 제어기(10)를 이용하여 유량을 조절하였다. 이산화탄소는 플라즈마 영역에서 균일하게 주입될 수 있도록 두 개의 노즐을 통해 동일 양으로 나누어 플라즈마 제트 노즐 옆 1 mm위치에서 주입하였다. 분해되기 전/후의 이산화탄소의 농도는 가스 크로마토그래피(7) 열전도도 측정기(Thermal conductivity detector, 미도시)를 이용하여 측정하였다.

[0048] 산화아연 나노입자를 합성하는 원료물질인 약 150 마이크로 사이즈의 아연(Daejung, 150 μm)은 분말공급장치(8)를 이용해 분당 0.1 g씩을 공급하였다. 운반가스로는 각각 아르곤, 산소, 이산화탄소를 사용하였다. 먼저 운반가스를 아르곤으로 하고, 반응 가스인 이산화탄소의 유량을 변수로 하여 산화아연을 합성하였다. 후에 운반가스를 각각 이산화탄소와 산소로 변화시키고 반응가스인 이산화탄소의 유량을 각각 1, 2 ℓ/m으로 하여 하기 표에서와 같이 실시예 1-1 내지 1-7을 수행하였다.

[0049] 표 1에는 실시예 1-1 ~ 1-7의 수행 조건을 정리하였다.

**표 1**

|                   |            | 1-1       | 1-2 | 1-3 | 1-4   | 1-5 | 1-6 | 1-7 |  |
|-------------------|------------|-----------|-----|-----|-------|-----|-----|-----|--|
| 플라즈마 전력 [kW]      |            | 7.5       |     |     |       |     |     |     |  |
| 플라즈마 가스 [ℓ/m]     |            | 아르곤 가스, 8 |     |     |       |     |     |     |  |
| 아연 입자 공급량 [g/min] |            | 0.1       |     |     |       |     |     |     |  |
| 운반가스              | 가스종류       | 아르곤       |     |     | 이산화탄소 | 산소  | 아르곤 |     |  |
|                   | 가스유량 [ℓ/m] | 1         |     |     |       |     |     |     |  |
| 반응가스              | 가스종류       | 이산화탄소     |     |     |       |     |     | 산소  |  |
|                   | 가스유량 [ℓ/m] | 0.5       | 1   | 2   |       |     | 2   |     |  |
| 반응관 내경 [mm]       |            | 10        |     |     |       |     | 45  |     |  |

[0051] **실험예 1 : 합성된 산화아연 나노입자의 분석**

[0052] 합성된 산화아연 나노입자는 반응관 벽에서 포집하였다. XRD를 이용하여 생성된 산화아연 입자의 결정 구조를 확인하였다. 또한 생성물의 조성도 XRD를 이용하여 확인하였다. 도 2는 합성된 산화아연의 XRD결과이다. XRD를 이용하여 확인한 생성물은 육방정계 우르차이트 구조(Hexagonal Wurtzite structure)임을 확인하였다. 또한 도 3은 운반가스의 영향에 따른 합성된 산화아연의 XRD결과이다. 아르곤과 이산화탄소를 운반가스로 사용한 결과 실시예 1-3 및 실시예 1-4와 유사한 패턴을 나타내는 반면 산소운반 가스를 사용한 경우는 미반응 아연의 피크가 사라지는 것을 확인할 수 있다(실시예 1-5). 이로부터 산소 운반가스가 반응에 참여하여 산화아연의 수율을 증가시키는 데 기여한다는 것을 알 수 있다.

[0053] 산화아연 나노입자의 모양은 FE-SEM을 이용해 확인하였으며 FE-TEM을 이용하여 입자의 구체적인 모양과 크기를



관찰하였다. 생성된 산화아연의 반응관 직경에 따른 형태의 변화를 SEM 과 TEM의 결과를 토대로 비교해 보았다.

[0054] 도 4의 (a)와 (b)는 각각 반응관 직경이 10 mm 인 경우와 45 mm인 경우 합성된 산화아연의 SEM이미지 이다. 반응관 직경이 45 mm인 경우에 생성된 산화아연 나노입자의 경우 막대형이었지만 반응관 직경이 10 mm일 때는 막대형이 아닌 산화아연 나노분말이 합성되었다. 이를 통해 반응관의 직경을 다르게 하면서 산화아연의 형태를 조절할 수 있다는 것을 확인하였다.

[0055] 도 5(a)는 테트라 포드 형상 산화아연의 TEM이미지이다. TEM이미지를 통해 확인한 결과 막대의 두께는 약 68 nm 정도이고 길이는 300 nm정도인 것을 확인하였다. 테트라 포드 형상의 경우 입자간 공극이 크고 표면적이 넓어 광촉매로의 반응에 유리하며 결정성을 갖기 때문에 광촉매 효율이 좋다. 반응관의 직경을 증가시키면 광촉매 활성이 높은 테트라 포드 형상의 산화아연을 합성하는 것이 가능하다. 도 5(b)는 막대형 산화아연의 일부이다. 막대의 직경은 26 nm인 것을 확인하였다. 이를 통해 막대의 직경이 매우 작은, 따라서 비표면적이 넓은 산화아연 나노막대를 합성할 수 있다는 것을 확인하였다.

[0056]

[0057] **실험예 2 : 본 발명에 따라 제조된 산화아연의 광촉매 특성 분석**

[0058] 합성된 산화아연 나노입자의 광촉매적 특성을 확인하기 위하여 메틸렌블루 수용액을 분해하는 실험을 수행하였다. 메틸렌블루는 물에 녹으면 이온화가 되어 푸른색을 띠는 염료물질로 염색, 페인트생산 등에 사용되며 살균 등에도 사용되는 데 메틸렌블루를 함유하는 배출수는 필수적으로 환경문제를 야기한다. 따라서 합성된 산화아연의 광촉매로의 활성을 확인하기 위해서 1 ppm의 메틸렌블루 수용액을 1-kW 제논 램프를 이용하여 발생시킨 자외선/가시광선 광을 이용하여 분해하였다. 분해가 진행되면서 메틸렌블루 수용액의 색이 점차 희미해지고 결국 완전히 사라지는 것을 확인하였다.

[0059] 하기 표 2에는 각각 이산화탄소와 산소를 이용하여 합성한 산화아연의 광촉매 성능을 정리하였다.

**표 2**

|        |                         |                       |                       |                       |
|--------|-------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| [0060] | 실시예                     | 1-3                   | 1-6                   | 1-7                   |
|        | 광촉매성능<br>[mmol/sg(cat)] | $0.14 \times 10^{-2}$ | $0.21 \times 10^{-2}$ | $0.11 \times 10^{-3}$ |

[0061] 상기 표 2를 참조하면, 이산화탄소를 이용하여 합성된 산화아연(실시예 1-3, 1-6)은 산소만을 반응가스로 사용하여 합성한 산화아연(실시예 1-7)에 비해 훨씬 높은 효율을 갖는 것을 확인하였다.

[0062] 이로부터 본 발명에 의해 제조된 산화아연 나노입자는 우수한 광촉매 활성을 나타냄을 알 수 있다.

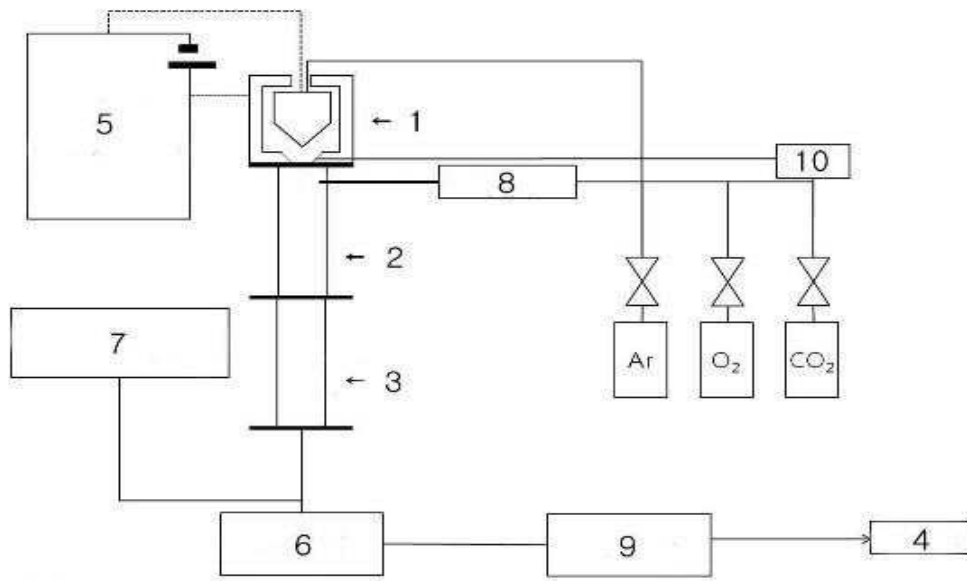
**부호의 설명**

[0063] 도 1의 표시된 부호는 다음과 같다.

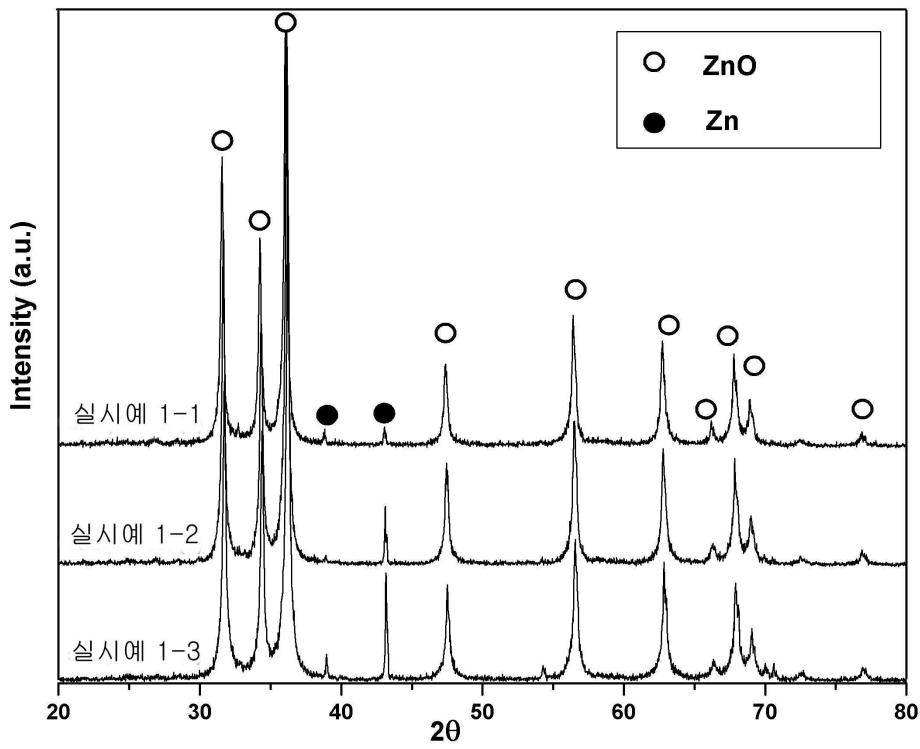
- 1 : 플라즈마 토치부
- 2 : 반응관
- 3 : 냉각관
- 4 : 배기부
- 5 : 플라즈마 전원공급 장치
- 6 : 스크러버
- 7 : 가스 크로마토그래피
- 8 : 원료분말주입기
- 9 : 아스피레이터
- 10 : 질량 유량 제어기

도면

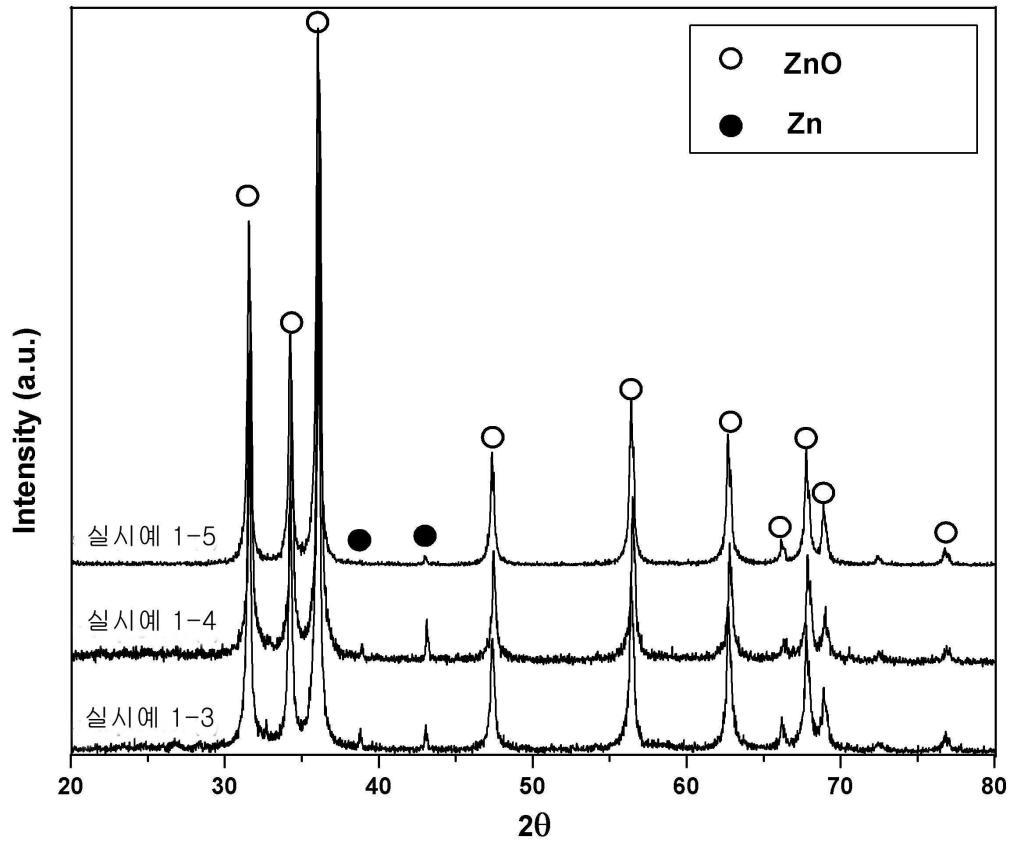
도면1



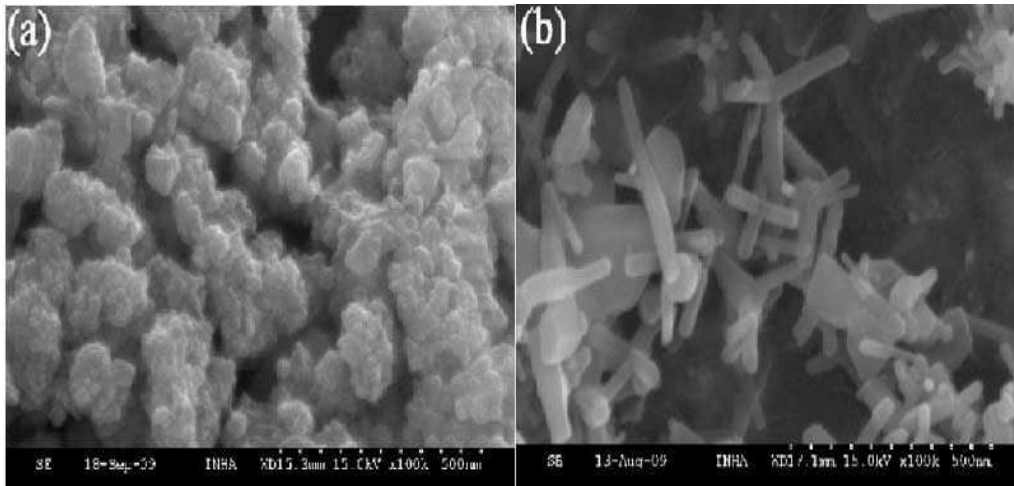
도면2



도면3



도면4



도면5

