(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2008-0058104
(43) 공개일자 2008년06월25일

(51) Int. Cl.
B01J 21/06 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2006-0132224
(22) 출원일자 2006년12월21일
심사청구일자 2006년12월21일

(71) 출원인
고려대학교 산학협력단
서울 성북구 안암동5가1 고려대학교 내
(72) 발명자
김수영
경기 광명시 철산3동 주공아파트7단지 717동 504호
하정숙
서울 노원구 월계동 우남아파트 101동 2203호
(74) 대리인
현종철

전체 청구항 수 : 총 11 항

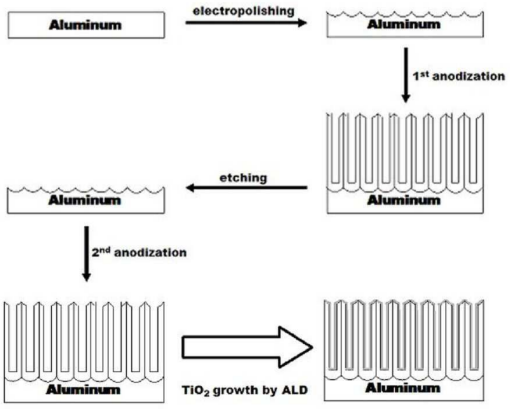
(54) 알루미늄 양극 산화막 템플레이트를 이용한 Ｔｉ０２광촉매의 제조방법 및 상기 방법에 의해서 제조된 Ｔｉ０２광촉매

(57) 요 약

본 발명은 TiO_2 광촉매의 제조방법 및 상기 방법에 의해서 제조된 TiO_2 광촉매에 관한 것으로서, 더욱 구체적으로는 알루미늄 박판을 전해액 중에서 전해연마하는 단계; 상기 전해연마 처리된 알루미늄 박판에 대해서 산 용액 중에서 제1 양극산화 과정을 수행하는 단계; 상기 제1 양극산화 처리된 알루미늄 박판에 대해서 에칭 과정을 수행하는 단계; 상기 에칭 처리된 알루미늄 박판에 대해서 상기 제2 양극산화 과정을 수행하는 단계; 및 상기 제2 양극산화 처리된 알루미늄 박판의 표면에 TiO_2 박막을 증착시키는 단계를 포함하는 TiO_2 광촉매의 제조방법 및 상기 방법에 의해서 제조된 TiO_2 광촉매에 관한 것이다.

본 발명에 따르면, 알루미늄 양극 산화막 템플레이트 상에 TiO_2를 매우 얇고 균일한 박막의 형태로 성장시켜서 알루미늄 양극 산화막에 의한 촉매 지지체를 확보하는 동시에, 알루미늄 양극 산화막 표면의 나노 크기 세공을 이용하여 촉매 표면적을 증가시킬 수 있고, 열처리 과정을 통하여 TiO_2 박막의 결정성을 촉매 반응에 적합한 형태로 표면 결함 없이 제작할 수 있는 TiO_2 광촉매의 제조방법 및 상기 방법에 의해서 제조된 TiO_2 광촉매를 제공할 수 있다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

알루미늄 박판을 전해액 중에서 전해연마하는 단계;

상기 전해연마 처리된 알루미늄 박판에 대해서 산 용액 중에서 제1 양극산화 과정을 수행하는 단계;

상기 제1 양극산화 처리된 알루미늄 박판에 대해서 에칭 과정을 수행하는 단계;

상기 에칭 처리된 알루미늄 박판에 대해서 상기 제2 양극산화 과정을 수행하는 단계; 및

상기 제2 양극산화 처리된 알루미늄 박판의 표면에 TiO_2 박막을 증착시키는 단계를 포함하는 TiO_2 광촉매의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 전해액은 에탄올과 과염소산의 3:1 내지 5:1 부피비의 혼합 용액인 것을 특징으로 하는 TiO_2 광촉매의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 산 용액은 옥살산, 인산, 황산, 크롬산 또는 그 혼합물의 용액인 것을 특징으로 하는 TiO_2 광촉매의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 제1 양극산화 과정 및 상기 제2 양극산화 과정은 0.1M 내지 1.0M 농도의 상기 산 용액 중에서, 30V 내지 50V의 전압 및 0.001A 내지 0.009A의 전류 조건으로, 5℃ 내지 10℃에서 15시간 내지 25시간 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 TiO_2 광촉매의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 에칭 과정은 인산과 크롬산의 1:2 내지 1:4 중량비의 혼합 용액 중에서 50℃ 내지 70℃의 온도로 수행되는 것을 특징으로 하는 TiO_2 광촉매의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 에칭 과정은 25시간 내지 50시간 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 TiO_2 광촉매의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 제2 양극산화 과정에 의해서 제조된 알루미늄 박판 표면의 세공 직경은 10nm 내지 100nm이며, 세공 간 거리는 80nm 내지 120nm이고, 세공 깊이는 0.5㎛ 내지 1.5㎛인 것을 특징으로 하는 TiO_2 광촉매의 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 TiO_2 박막의 증착은 원자층 증착법 (atomic layer deposition)에 의해서 수행되는 것을 특징으로 하는 TiO_2 광촉매의 제조방법.

청구항 9

제8항에 있어서, 상기 원자층 증착법의 Ti 전구체로는 $Ti(OCH(CH_3)_2)_4$를 사용하고, 산소 공급원으로는 H_2O를 사용하며, 퍼지 가스로는 Ar을 사용하는 것을 특징으로 하는 TiO_2 광촉매의 제조방법.

청구항 10

제9항에 있어서, 상기 Ti 전구체의 증발은 60℃ 내지 80℃의 온도에서 수행되며, 상기 TiO_2 박막의 증착은 150℃ 내지 220℃에서 수행되는 것을 특징으로 하는 TiO_2 광촉매의 제조방법.

청구항 11

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 따른 방법에 의해서 제조된 TiO_2 광촉매.

명 세 서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

<3> 본 발명은 TiO_2 광촉매의 제조방법 및 상기 방법에 의해서 제조된 TiO_2 광촉매에 관한 것으로서, 더욱 구체적으로는 알루미늄 양극 산화막 템플레이트 상에 TiO_2를 매우 얇고 균일한 박막의 형태로 성장시켜서 알루미늄 양극 산화막에 의한 촉매 지지체를 확보하는 동시에, 알루미늄 양극 산화막 표면의 나노 크기 세공을 이용하여 촉매 표면적을 증가시킬 수 있고, 열처리 과정을 통하여 TiO_2 박막의 결정성을 촉매 반응에 적합한 형태로 표면 결함 없이 제작할 수 있는 TiO_2 광촉매의 제조방법 및 상기 방법에 의해서 제조된 TiO_2 광촉매에 관한 것이다.

<4> 광촉매란 빛을 받아서 화학반응을 촉진시키는 물질을 말하는 것으로서, 예를 들어 반도체, 엽록소, V_2O_3, ZnO, ZrO_2, 페로브스카이트형 복합 금속산화물 ($SrTiO_3$), TiO_2 등이 있으며, TiO_2의 광촉매로서의 용도는 1967년 두 일본인 학자에 의해 발견되었으며, TiO_2가 자외선 등에 노출될 경우 난분해성 유기물을 분해할 수 있다는 것이 발견되면서 환경문제를 해결할 수 있는 청정기술로서의 가능성을 인정받게 되었다. 특히, TiO_2는 자신이 빛을 받아도 변하지 않아 반영구적으로 사용이 가능할 뿐만 아니라 대부분의 유기물을 산화시켜 이산화탄소와 물로 분해하므로 2차 오염이 적고 표백 및 악취제거에도 효과적이다. 따라서, 상기 점들 및 광촉매 반응에 대한 산화물 피막의 활성을 고려하여 TiO_2가 광촉매 분야에서 대표적인 물질로 부각되어 현재 많은 연구가 진행되고 있다.

<5> 이러한 TiO_2의 광촉매에 의한 유기물 분해는, 밴드갭 (band gap) 에너지 이상의 빛에너지를 광촉매에 조사하였을 때 전자와 정공이 발생하고, 이들에 의해 생성되는 수산화 라디칼 (-OH)의 강력한 산화력으로 광촉매 표면에 흡착된 기상 또는 액상의 유기물이 분해되는 산화반응에 의한 것이며, 이를 보다 구체적으로 설명하면 다음과 같다. 광촉매용 재료의 표면에 재료의 밴드갭 이상의 에너지를 갖는 UV광을 조사시키면, 광촉매 표면에서 에너지적으로 여기되어 방출된 전자는 수중의 용존 산소와 반응하여 OH 라디칼을 형성하고, 동시에 산화티탄 표면의 정공에 의해 OH 라디칼이 형성된다. 즉, 산화티탄의 표면에서는 $TiO_2 + h\upsilon \rightarrow e^-$(발생) + h^+이 일어난다. 이때 전자의 반응은 다음과 같다.

반응식 1

<6> $e^- + O_2 \rightarrow O_2 \cdot^-$(super oxide radical)

<7> $2O_2 \cdot^- + 2H_2O \rightarrow 2 \cdot OH + 2OH^- + O_2$

<8> 또한, TiO_2 표면에서는 $h^+ + OH^- \rightarrow 2 \cdot OH$와 같은 반응이 진행되어 형성된 OH 라디칼에 의해 유해한 유기물질이 분해된다.

<9> TiO_2를 광촉매로 이용하기 위한 방법으로는 제조된 TiO_2 분말을 광촉매로 직접 이용하거나, TiO_2에 실리카와 같은 바인더를 첨가하여 도료로서 지지체나 담체에 도포시키는 방법과 사염화티탄이나 티타늄알콕사이드 등의 티타늄화합물을 지지체에 코팅한 후 졸겔법을 이용하여 지지체 표면에 TiO_2를 형성시켜 사용하는 방법 등이 널리

알려져 왔다.

<10> TiO_2 분말 자체를 광촉매로서 사용하기 위해서는 황산법과 염소법을 통하여 1차 재료로서 아나타제 (anatase)와 루타일 (rutile)의 결정 구조가 혼합된 분말 TiO_2를 합성하여야 한다. 이렇게 제조된 TiO_2 분말은 슬러리 형태로 사용되거나 또는 지지체에 표면코팅되어 사용된다. 또한 TiO_2 분말을 직접 광촉매로 폐수처리 등에 이용할 경우, 광촉매 반응기 내부에는 UV 램프가 설치되고 반응셀 내부에 폐수와 TiO_2 분말이 슬러리 형태로 혼합되어 사용되고 있으며, 폐수의 반응시간과 처리량에 따라 임의로 반응셀을 연결시켜 사용하고 있다. 또한 장치의 반응셀 말단에 촉매 (TiO_2 분말) 회수 장치를 부착하여 사용하고 있다.

<11> 그러나, 분말형 TiO_2를 회수하여 재활용하기 위해서는 별도의 장치가 필요하며 그 비용이 막대하여 비경제적일 뿐 아니라, 폐수의 물질 일부가 분말형 촉매의 표면에 흡착되어 촉매의 효율이 떨어지며, 분말 자체가 표면 결함 및 결정성에 문제점을 갖는다.

<12> 따라서, 출발물질로서 금속알콕사이드 형태의 Ti 전구체를 사용하여 소정의 지지체 표면에 코팅 또는 증착시키는 방법을 TiO_2 광촉매 제조를 위한 일 방법으로서 고려될 수 있으며, 이 경우 지지체 상에 TiO_2를 얇고 균일한 박막의 형태로 성장시킬 수 있어야 하며, 촉매 반응 유효 표면적을 최대로 증가시킬 필요성이 대두된다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

<13> 따라서, 본 발명이 이루고자 하는 첫 번째 기술적 과제는, 알루미늄 양극 산화막 템플레이트 상에 TiO_2를 매우 얇고 균일한 박막의 형태로 성장시켜서 알루미늄 양극 산화막에 의한 촉매 지지체를 확보하는 동시에, 알루미늄 양극 산화막 표면의 나노 크기 세공을 이용하여 촉매 표면적을 증가시킬 수 있고, 열처리 과정을 통하여 TiO_2 박막의 결정성을 촉매 반응에 적합한 형태로 표면 결함 없이 제작할 수 있는 TiO_2 광촉매의 제조방법을 제공하는 것이다.

<14> 또한, 본 발명이 이루고자 하는 두 번째 기술적 과제는, 상기 방법에 의해서 제조된 TiO_2 광촉매를 제공하는 것이다.

발명의 구성 및 작용

<15> 본 발명은 상기 첫 번째 기술적 과제를 달성하기 위해서,

<16> 알루미늄 박판을 전해액 중에서 전해연마하는 단계;

<17> 상기 전해연마 처리된 알루미늄 박판에 대해서 산 용액 중에서 제1 양극산화 과정을 수행하는 단계;

<18> 상기 제1 양극산화 처리된 알루미늄 박판에 대해서 에칭 과정을 수행하는 단계;

<19> 상기 에칭 처리된 알루미늄 박판에 대해서 상기 제2 양극산화 과정을 수행하는 단계; 및

<20> 상기 제2 양극산화 처리된 알루미늄 박판의 표면에 TiO_2 박막을 증착시키는 단계를 포함하는 TiO_2 광촉매의 제조방법을 제공한다.

<21> 본 발명의 바람직한 일 실시예에 따르면, 상기 전해액은 에탄올과 과염소산의 3:1 내지 5:1 부피비의 혼합 용액일 수 있다.

<22> 본 발명의 바람직한 다른 실시예에 따르면, 상기 산 용액은 옥살산, 인산, 황산, 크롬산 또는 그 혼합물의 용액일 수 있다.

<23> 본 발명의 바람직한 또 다른 실시예에 따르면, 상기 제1 양극산화 과정 및 상기 제2 양극산화 과정은 0.1M 내지 1.0M 농도의 상기 산 용액 중에서, 30V 내지 50V의 전압 및 0.001A 내지 0.009A의 전류 조건으로, 5℃ 내지 10℃에서 15시간 내지 25시간 동안 수행될 수 있다.

<24> 본 발명의 바람직한 또 다른 실시예에 따르면, 상기 에칭 과정은 인산과 크롬산의 1:2 내지 1:4 중량비의 혼합 용액 중에서 50℃ 내지 70℃의 온도로 수행될 수 있다.

<25> 본 발명의 바람직한 또 다른 실시예에 따르면, 상기 에칭 과정은 25시간 내지 50시간 동안 수행될 수 있다.

<26> 본 발명의 바람직한 또 다른 실시예에 따르면, 상기 제2 양극산화 과정에 의해서 제조된 알루미늄 박판 표면의 세공 직경은 10nm 내지 100nm이며, 세공 간 거리는 80nm 내지 120nm이고, 세공 깊이는 0.5㎛ 내지 1.5㎛일 수 있다.

<27> 본 발명의 바람직한 또 다른 실시예에 따르면, 상기 TiO_2 박막의 증착은 원자층 증착법 (atomic layer deposition)에 의해서 수행될 수 있다.

<28> 본 발명의 바람직한 또 다른 실시예에 따르면, 상기 원자층 증착법의 Ti 전구체로는 $Ti(OCH(CH_3)_2)_4$를 사용하고, 산소 공급원으로는 H_2O를 사용하며, 퍼지 가스로는 Ar을 사용할 수 있다.

<29> 본 발명의 바람직한 또 다른 실시예에 따르면, 상기 Ti 전구체의 증발은 60℃ 내지 80℃의 온도에서 수행되며, 상기 TiO_2 박막의 증착은 150℃ 내지 220℃에서 수행될 수 있다.

<30> 또한, 본 발명은 상기 두 번째 기술적 과제를 달성하기 위해서,

<31> 상기 방법에 의해서 제조된 TiO_2 광촉매를 제공한다.

<32> 본 발명에 따르면, TiO_2 광촉매를 지지하기 위한 지지체로서 알루미늄 양극 산화막을 사용함으로써, 알루미늄 양극 산화막 표면의 나노 크기 세공을 이용하여 촉매 표면적을 획기적으로 증가시킬 수 있으며, 열처리 과정을 통하여 TiO_2 박막의 결정성을 촉매 반응에 적합한 형태로 표면 결함 없이 제작할 수 있다.

<33> 이하, 본 발명을 더욱 상세하게 설명하기로 한다.

<34> 도 1에는 본 발명에 따른 TiO_2 광촉매의 제조방법에 대한 개략적인 공정도를 도시하였으며, 도 1을 참조하면, 본 발명에 따른 TiO_2 광촉매의 제조방법은, 알루미늄 박판의 전해연마 단계, 제1 양극산화 단계, 에칭 단계, 제2 양극산화 단계 및 TiO_2 박막 증착 단계의 5 단계를 포함한다.

<35> 즉, 본 발명에서는 TiO_2 광촉매를 지지하는 지지체로서 나노 크기의 세공을 갖는 알루미나 템플레이트를 사용하였으며, 이러한 알루미나 템플레이트의 제작은 알루미늄 박판을 산 용액 중에서 전해연마 (electropolishing)시키고, 제1 양극산화, 에칭 및 제2 양극산화 과정을 거침으로써 수행된다. 이러한 과정을 거치게 되면 규칙적인 육각 배열의 나노 세공을 갖는 알루미나 템플레이트를 제조할 수 있게 되며, 특히 본 발명에서는 2회에 걸쳐서 양극산화 반응을 수행함으로써 더욱 규칙적인 나노 실린더 형태의 표면을 갖는 지지체를 얻을 수 있게 된다. 이때, 나노 실린더의 크기와 각 나노 실린더 사이의 간격은 사용되는 산의 종류에 의해서 조절이 가능하다. 또한, 제1 양극산화 과정과 제2 양극산화 과정 사이에 에칭 공정을 수행함으로써 더욱 규칙적이고 일정한 배열 및 형태를 갖는 나노 실린더를 형성할 수 있게 된다.

<36> 바람직하게는, 알루미늄 박판의 전해연마에 사용되는 상기 전해액은 당업계에서 통상적으로 사용되는 전해액이 사용될 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니지만, 에탄올과 과염소산의 3:1 내지 5:1 부피비의 혼합 용액이 사용될 수 있다. 또한, 알루미늄 박판으로는 99% 이상, 예를 들어 순도 99.999%의 알루미늄 박판이 사용될 수 있다.

<37> 도 1로부터 알 수 있는 바와 같이, 알루미늄 박판에 대한 전해연마 과정이 완료되면 표면이 연마되어 표면 굴곡을 가짐으로써, 후속 양극산화 과정을 수행하기에 적합한 알루미늄 박판을 얻을 수 있게 되며, 이러한 알루미늄 박판에 대해서 제1 양극산화 과정을 수행하게 된다.

<38> 양극산화 (anodizing)이란, 처리 대상 금속에 양극을 가하고 처리 용액에 음극을 가해서 처리 대상 금속에 산화피막을 입히는 표면처리를 말하며, 이때 처리 대상 금속으로서 알루미늄을 사용하여 일정한 처리 용액 중에서 적정 조건으로 분극시킴으로써 생성된 자연산화 피막보다 두꺼운 알루미늄 산화피막을 알루미늄 양극 산화막 (anodic aluminum oxide)이라 한다.

<39> 양극산화 공정에 의해서 입혀진 산화피막은 산화피막의 종류에 따라서 처리 대상 금속 표면의 내식성, 내구성, 접착성 등을 향상시키며, 일반적으로 처리된 대상 금속의 표면은 표면 굴곡 내지는 요철부를 지니게 된다. 또한, 양극산화 공정에 사용되는 처리 용액으로는 붕산, 인산, 황산, 크롬산 등의 용액이 사용될 수 있으며, 처리 용액의 종류에 따라서 크롬산 양극산화, 붕산 양극산화, 황산 양극산화, 인산 양극산화 등으로 분류되기도 한다.

<40> 본 발명에서 알루미늄 양극산화 공정에 사용될 수 있는 처리 용액으로는, 이에 제한되는 것은 아니지만, 옥살산, 인산, 황산, 크롬산 또는 그 혼합물의 용액을 예로 들 수 있다.

<41> 또한, 상기 양극 산화 과정은 0.1M 내지 1.0M 농도의 처리 용액 중에서, 30V 내지 50V의 전압 및 0.001A 내지 0.009A의 전류 조건으로, 5℃ 내지 10℃에서 15시간 내지 25시간 동안 수행될 수 있다.

<42> 상기 양극 산화 과정에서 산 용액의 농도가 상기 범위 미만이거나 이를 초과하는 경우, 전압 및 전류가 상기 범위 미만인거나 이를 초과하는 경우, 또는 처리 온도가 상기 범위 미만인거나 이를 초과하는 경우에는 알루미늄 호일이 끊어져서 아예 사용할 수 없게 되거나, 공극의 크기가 불균일해지고 배열이 좋지 않게 되어 템플레이트로 사용이 불가능해지는 문제점이 있어서 바람직하지 않다.

<43> 상술한 바와 같이, 본 발명에서는 단 1회의 양극산화 과정만으로 알루미늄 템플레이트를 제조하는 것이 아니라, 제1 양극산화 과정에 의해서 대략적인 템플레이트를 제조하고, 이를 에칭한 다음, 다시 제2 양극산화 과정을 수행하여 더욱 규칙적이고 정밀한 배열을 갖는 알루미늄 템플레이트를 제조한다는 점에 그 특징이 있다.

<44> 제1 양극 산화 과정 이후의 에칭 과정을 수행함에 있어서, 에칭 과정은 인산과 크롬산의 1:2 내지 1:4 중량비의 혼합 용액 중에서 50℃ 내지 70℃의 온도로 수행될 수 있다.

<45> 또한, 상기 에칭 과정은 제1 양극산화 단계와 비슷한 시간 또는 이보다 더 많은 시간 동안 수행되는 것이 바람직한데, 예를 들어, 에칭 과정은, 이에 제한되는 것은 아니지만, 25시간 내지 50시간 동안 수행될 수 있다.

<46> 상기와 같은 에칭 과정이 완료된 이후에는 표면의 세공이 제거되어 표면에 소정의 굴곡 또는 요철부를 갖는 알루미늄 템플레이트를 얻을 수 있게 되는데, 이는 상기 전해연마의 결과물과 비슷한 형태의 것일 수 있지만, 굴곡 또는 요철부 배열의 규칙성은 전해연마의 결과물보다 에칭 과정 완료 후의 결과물이 월등히 우수하다.

<47> 이어서, 상기 에칭 과정을 수행한 이후에는 알루미늄 템플레이트 표면에 대해서 제2 양극산화 과정을 수행한다. 제2 양극산화 과정은 제1 양극산화 과정과 동일한 조건에 의해서 수행될 수 있다.

<48> 상술한 바와 같이, 전해연마, 제1 양극산화, 에칭 및 제2 양극산화 과정을 거치게 되면, 표면에 규칙적인 나노 크기의 세공을 갖는 알루미늄 템플레이트를 얻을 수 있게 되는데, 상기 제2 양극산화 과정에 의해서 제조된 알루미늄 박판 표면의 세공 직경은 10nm 내지 100nm이며, 세공 간 거리는 80nm 내지 120nm이고, 세공 깊이는 0.5㎛ 내지 1.5㎛일 수 있다.

<49> 본 발명에 따른 TiO_2 광촉매의 제조방법에 있어서, 마지막 단계로는 상술한 바와 같이 제조된 알루미늄 템플레이트 표면에 촉매 성분인 TiO_2 박막을 성장시키는 단계가 수행되며, 바람직하게는 상기 TiO_2 박막의 증착은 원자층 증착법 (atomic layer deposition)에 의해서 수행될 수 있다.

<50> 본 발명에 있어서, 상기 원자층 증착법의 Ti 전구체로는 $Ti(OCH(CH_3)_2)_4$를 사용하고, 산소 공급원으로는 H_2O를 사용하며, 퍼지 가스로는 Ar을 사용할 수 있다. 또한, 상기 Ti 전구체의 증발은 60℃ 내지 80℃의 온도에서 수행되며, 상기 TiO_2 박막의 증착은 150℃ 내지 220℃에서 수행될 수 있다.

<51> 상술한 과정에 의해서 도 1의 최종 단계에 도시된 바와 같이, 나노 세공을 갖는 알루미늄 템플레이트의 표면 상에 TiO_2 박막층이 증착된 TiO_2 광촉매를 제조할 수 있게 되는데, 이는 종래의 평판 지지체 상에 원자층 증착법에 의해서 TiO_2 박막층을 형성하는 것에 비해서 동일한 지지체 평면적을 기준으로 월등하게 반응 표면적이 향상된 TiO_2 광촉매를 제조하는 것을 가능하게 한다. 참고로, 도 2에는 종래의 통상적인 원자층 증착법에 의한 TiO_2 박막층의 증착 과정을 도시하였다.

<52> 또한, 본 발명은 상기 두 번째 기술적 과제를 달성하기 위해서, 상기 방법에 의해서 제조된 TiO_2 광촉매를 제공한다.

<53> 본 발명에 따른 TiO_2 광촉매는 나노 크기의 세공을 갖는 알루미늄 양극 산화막의 표면에 촉매 성분인 TiO_2층이 증착되어 형성되는 바, 동일한 평면적을 갖는 지지체를 기준으로 볼 때 반응 표면적을 월등하게 증가시킬 수 있게 된다.

<54> 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 구체적으로 설명하기로 하되, 하기 실시예는 본 발명의 이해를 돕기 위한 것일 뿐, 본 발명의 범위가 하기 실시예로만 제한되는 것은 아니다.

<55> 실시예

<56> 제조예

<57> 본 발명에 따른 TiO_2 광촉매의 제조

<58> 순수한 알루미늄 시트 (99.99%, Aldrich사)를 과염소산 및 에탄올의 혼합용액 중에서 전해연마시켰다. 이어서, 상기 알루미늄 시트를 7℃, 0.3M 옥살산 용액 중에서 21시간 동안 40V의 일정한 전압으로 산화시킴으로써 제1 양극산화 과정을 수행하였다. 제조된 양극 산화물층을 6 중량%의 인산 및 1.8 중량%의 크롬산 용액 중에 60℃에서 25시간 동안 침지시킴으로써 제거하여 에칭 과정을 수행하였으며, 마지막으로, 제1 양극산화 과정에 대해서 서술된 바와 동일한 조건으로 제2 양극산화 과정을 수행하였다.

<59> TiO_2 성장 실험은 Ti-source로 $Ti(OCH(CH_3)_2)_4$ (Strem chemicals, 99,9 %)를 사용하였고, Oxygen source 로 H_2O (purified by Millipore Milli-Q)를 사용하였으며, purging gas 및 carrier gas로는 고순도의 N_2 (99.99%)를 사용하였다.

<60> 공정 순서는 H_2O/purging/$Ti(OCH(CH_3)_2)_4$/purging/pumping 과정을 수십 번 반복해서 TiO_2 박막을 성장시켰으며, 각 공정의 시간은 0.5s/3s/1s/3s/10s로 하였다.

발명의 효과

<61> 본 발명에 따르면, 알루미늄 양극 산화막 템플레이트 상에 TiO_2를 매우 얇고 균일한 박막의 형태로 성장시켜서 알루미늄 양극 산화막에 의한 촉매 지지체를 확보하는 동시에, 알루미늄 양극 산화막 표면의 나노 크기 세공을 이용하여 촉매 표면적을 증가시킬 수 있고, 열처리 과정을 통하여 TiO_2 박막의 결정성을 촉매 반응에 적합한 형태로 표면 결함 없이 제작할 수 있는 TiO_2 광촉매의 제조방법 및 상기 방법에 의해서 제조된 TiO_2 광촉매를 제공할 수 있다.

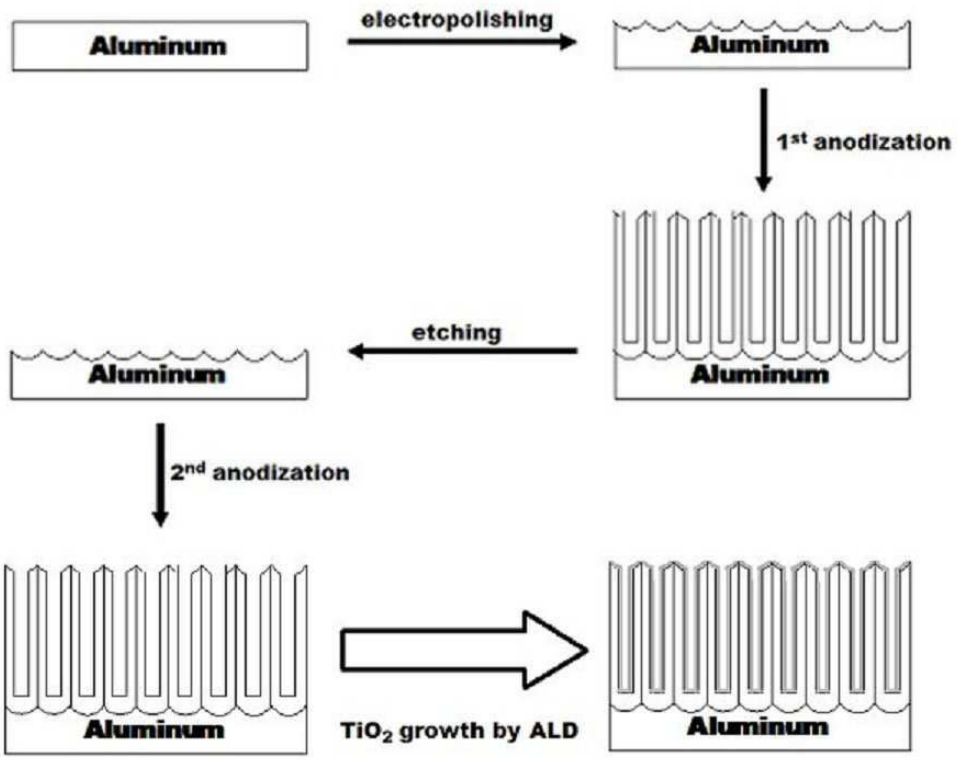
도면의 간단한 설명

<1> 도 1은 본 발명에 따른 TiO_2 광촉매의 제조방법에 대한 개략적인 공정도를 도시한 도면이다.

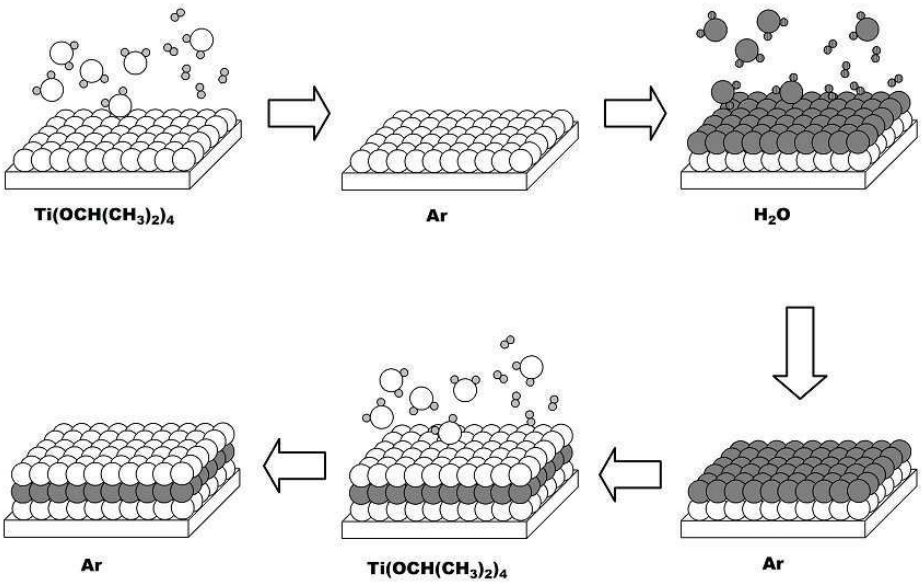
<2> 도 2는 종래의 통상적인 원자층 증착법에 의한 TiO_2 박막층의 증착 과정을 도시한 도면이다.

도면

도면1


Aluminum
electropolishing
Aluminum
1st anodization
etching
Aluminum
Aluminum
2nd anodization
Aluminum
TiO2 growth by ALD
Aluminum

도면2


Ti(OCH(CH3)2)4
Ar
H2O
Ar
Ti(OCH(CH3)2)4
Ar