



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2014-0048443  
(43) 공개일자 2014년04월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C01G 23/053 (2006.01) B82B 3/00 (2006.01)  
(21) 출원번호 10-2012-0114080  
(22) 출원일자 2012년10월15일  
심사청구일자 2012년10월15일

(71) 출원인  
강릉원주대학교산학협력단  
강원도 강릉시 죽현길 7(지변동)  
(72) 발명자  
박상엽  
강원도 강릉시 지변동 산 1번지 강릉대학교 공학  
2호관 208호  
하성용  
강원도 강릉시 교동 광장로 138-12 304동 504호  
(뒷면에 계속)  
(74) 대리인  
김남식, 양기혁, 한윤호, 이인행

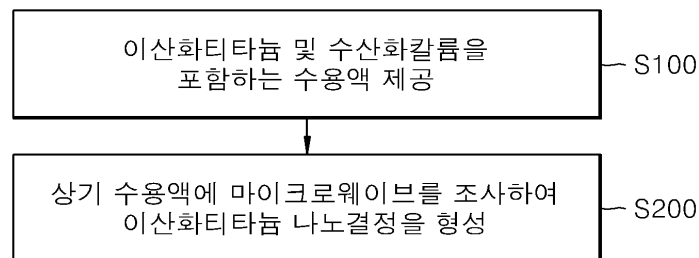
전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 단순한 공정으로 경제적이고 안전하게 대량생산할 수 있는 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법을 구현하기 위하여, 이산화티타늄 및 수산화칼륨을 포함하는 수용액을 제공하는 단계; 및 상기 수용액에 마이크로웨이브를 조사하여 이산화티타늄 나노결정을 형성하는 단계;를 구비하는, 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법이 제공된다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

**방희곤**

강원 강릉시 가작로 71, 604동 1101호 (교동, 교동  
부영6단지아파트)

**이하늘**

강원 속초시 도평2길 22, (노학동)

---

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

이산화티타늄 및 수산화칼륨을 포함하는 수용액을 제공하는 단계; 및  
상기 수용액에 마이크로웨이브를 조사하여 이산화티타늄 나노결정을 형성하는 단계;  
를 구비하는, 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법.

### 청구항 2

제1항에 있어서,  
상기 수용액을 제공하는 단계는,  
용매에 수산화칼륨을 용해하는 단계; 및  
상기 용매에 이산화티타늄을 첨가하는 단계;  
를 구비하는, 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법.

### 청구항 3

제2항에 있어서,  
상기 용매에 첨가되는 상기 이산화티타늄은 구형의 이산화티타늄을 포함하는, 이산화티타늄 나노구조체의 제조  
방법.

### 청구항 4

제1항에 있어서,  
상기 이산화티타늄 나노결정은 이산화티타늄 나노막대 및 이산화티타늄 나노선 중에서 적어도 어느 하나를 포함  
하는, 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법.

### 청구항 5

제1항에 있어서,  
상기 마이크로웨이브를 조사하여 형성된 상기 이산화티타늄 나노결정을 세척하고 건조하는 단계;를 더  
구비하는, 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법.

### 청구항 6

제5항에 있어서,  
상기 이산화티타늄 나노결정을 세척하고 건조하는 단계는,  
상기 이산화티타늄 나노결정을 염산을 이용하여 세척하는 단계; 및  
상기 이산화티타늄 나노결정을 오븐 내에 건조하는 단계;  
를 구비하는, 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법.

### 청구항 7

제1항에 있어서,  
상기 이산화티타늄 나노결정의 형상과 물성은 상기 마이크로웨이브가 조사되는 진동수, 상기 마이크로웨이브가  
조사되는 에너지, 상기 마이크로웨이브가 조사되는 온도, 상기 마이크로웨이브가 조사되는 시간 및 상기 수용액  
내의 이산화티타늄과 수산화칼륨의 농도비를 조절함으로써 구현되는, 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법.

**청구항 8**

제7항에 있어서,

상기 마이크로웨이브가 조사되는 진동수는 2400MHz 내지 2500MHz이며, 상기 마이크로웨이브가 조사되는 에너지는 100Watt 내지 300Watt이며, 상기 마이크로웨이브가 조사되는 온도는 200℃ 내지 280℃이며, 상기 마이크로웨이브가 조사되는 시간은 1.5 시간 내지 2.5 시간인, 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법.

**명세서**

**기술분야**

[0001] 본 발명은 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에 관한 것으로서, 더 상세하게는 이산화티타늄의 나노막대 및 또는 나노선과 같은 중횡비가 큰 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에 관한 것이다.

**배경기술**

[0002] 통상적으로 이산화티타늄을 제조하는 수용성합성법은 여러 종류의 티타늄 전구물질 (precursor), 안정자 (stabilizer) 등을 사용한 복잡한 과정을 채용하고 있다. 이로 인하여, 제조 과정에서 화학반응이 복잡하고 반응의 제어가 어려우며 고가의 화학물질을 다량 사용함으로써 비경제적이라는 단점을 안고 있다. 또한, 반응 온도의 최적화에 어려움이 있으며, 인체에 유해한 화합물질을 다량 사용함으로써 안전성 측면에서도 문제점을 안고 있다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0003] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 포함하여 여러 문제점들을 해결하기 위한 것으로서, 단순한 과정을 채용하면서 안전하고 경제적이며 형상의 제어가 용이하고 대량생산이 가능한 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다. 그러나 이러한 과제는 예시적인 것으로, 이에 의해 본 발명의 범위가 한정되는 것은 아니다.

**과제의 해결 수단**

[0004] 본 발명의 일 관점에 따르면, 이산화티타늄 및 수산화칼륨을 포함하는 수용액을 제공하는 단계; 및 상기 수용액에 마이크로웨이브를 조사하여 이산화티타늄 나노결정을 형성하는 단계;를 구비하는, 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법이 제공된다.

[0005] 상기 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서, 상기 수용액을 제공하는 단계는 용매에 수산화칼륨을 용해하는 단계; 및 상기 용매에 이산화티타늄을 첨가하는 단계;를 구비할 수 있다. 상기 용매에 첨가되는 상기 이산화티타늄은 구형의 이산화티타늄을 포함할 수 있다.

[0006] 상기 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서, 상기 이산화티타늄 나노결정은 이산화티타늄 나노막대 및 이산화티타늄 나노선 중에서 적어도 어느 하나를 포함할 수 있다.

[0007] 상기 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서, 상기 마이크로웨이브를 조사하여 형성된 상기 이산화티타늄 나노결정을 세척하고 건조하는 단계;를 더 구비할 수 있다. 상기 이산화티타늄 나노결정을 세척하고 건조하는 단계는 상기 이산화티타늄 나노결정을 염산을 이용하여 세척하는 단계; 및 상기 이산화티타늄 나노결정을 오픈 내에 건조하는 단계;를 구비할 수 있다.

[0008] 상기 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서, 상기 이산화티타늄 나노결정의 형상과 물성은 상기 마이크로웨이브가 조사되는 진동수, 상기 마이크로웨이브가 조사되는 에너지, 상기 마이크로웨이브가 조사되는 온도, 상기 마이크로웨이브가 조사되는 시간 및 상기 수용액 내의 이산화티타늄과 수산화칼륨의 농도비를 조절함으로써 구현될 수 있다.

[0009] 상기 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서, 상기 마이크로웨이브가 조사되는 진동수는 2400MHz 내지 2500MHz이며, 상기 마이크로웨이브가 조사되는 에너지는 100Watt 내지 300Watt이며, 상기 마이크로웨이브가 조

사되는 온도는 200℃ 내지 280℃이며, 상기 마이크로웨이브가 조사되는 시간은 1.5 시간 내지 2.5 시간일 수 있다.

**발명의 효과**

[0010] 상기한 바와 같이 이루어진 본 발명의 일 실시예에 따르면, 이산화티타늄의 나노막대 또는 이산화티타늄의 나노선을 단일 스텝(one step)로 구현할 수 있어, 이산화티타늄의 나노구조체를 단순한 공정으로 경제적이고 안전하게 대량생산할 수 있다. 물론 이러한 효과에 의해 본 발명의 범위가 한정되는 것은 아니다.

**도면의 간단한 설명**

[0011] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법을 도해하는 순서도이다.  
 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 이산화티타늄 및 수산화칼륨을 포함하는 수용액을 제공하는 단계를 도해하는 도면이다.  
 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 이산화티타늄 및 수산화칼륨을 포함하는 수용액에 마이크로웨이브를 조사하는 단계를 도해하는 도면이다.  
 도 4a는 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 이산화티타늄의 나노막대를 구현하는 과정을 도해하는 도면이다.  
 도 4b는 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 이산화티타늄의 나노선을 구현하는 과정을 도해하는 도면이다.  
 도 5a는 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 마이크로웨이브를 조사하기 이전에 수용액에 존재하는 이산화티타늄 나노결정의 SEM 사진이다.  
 도 5b는 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 마이크로웨이브를 조사한 이후에 형성된 이산화티타늄 나노막대의 SEM 사진이다.  
 도 5c는 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 마이크로웨이브를 조사한 이후에 형성된 이산화티타늄 나노선의 SEM 사진이다.  
 도 6a는 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 마이크로웨이브를 조사한 이후에 형성된 이산화티타늄 나노막대의 EDS 데이터를 나타낸 그래프이다.  
 도 6b는 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 마이크로웨이브를 조사한 이후에 형성된 이산화티타늄 나노막대의 XRD 데이터를 나타낸 그래프이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0012] 이하, 첨부된 도면들을 참조하여 본 발명의 실시예를 상세히 설명하면 다음과 같다. 그러나 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 수 있는 것으로, 이하의 실시예는 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이다. 또한 설명의 편의를 위하여 도면에서는 구성 요소들이 그 크기가 과장 또는 축소될 수 있다.

[0013] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법을 도해하는 순서도이다.

[0014] 도 1을 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법은 이산화티타늄(TiO<sub>2</sub>) 및 수산화칼륨(KOH)을 포함하는 수용액(aqueous solution)을 제공하는 단계(S100) 및 상기 수용액에 마이크로웨이브(microwave)를 조사하여 이산화티타늄 나노결정을 형성하는 단계(S200)를 포함한다. 이러한 단계들은 이하에서 상세하게 설명한다.

[0015] 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 이산화티타늄 및 수산화칼륨을 포함하는 수용액(120)을 제공하는 단계(S100)를 도해하는 도면이다.

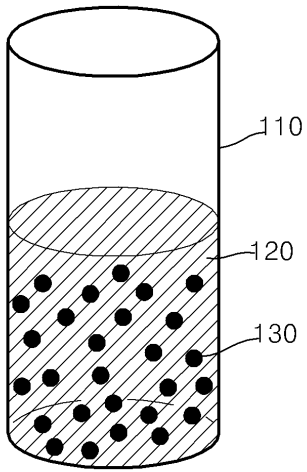
[0016] 도 2를 참조하면, 이산화티타늄 및 수산화칼륨을 포함하는 수용액(120)을 제공하는 단계(S100)는, 물과 같은 용매에 수산화칼륨을 용해하는 단계 및 상기 수산화칼륨이 용해된 용매에 이산화티타늄(130)을 첨가하는 단계를 순차적으로 포함한다. 예를 들어, 초순수가 담긴 플라스크와 같은 용기(110)에 수산화칼륨을 용해한 후에, 계속

하여 이산화티타늄(130)을 첨가하고 실온에서 저어 줌으로써, 이산화티타늄 및 수산화칼륨을 포함하는 수용액(120)을 제공할 수 있다. 여기에서, 수용액(120)에 첨가되는 이산화티타늄(130)은 이미 상용화되어 있는, 구형 입자의 형태인 P-25를 사용할 수 있다.

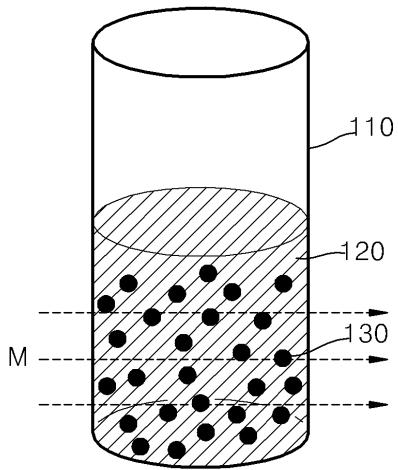
- [0017] 수용액(120) 내에 존재하는 이산화티타늄(130)의 적어도 일부는 수용액(120)에 용해될 수 있다. 또는, 수용액(120) 내에 존재하는 이산화티타늄(130)의 적어도 다른 일부는 수용액(120) 내에 용해되지 않고 콜로이드 형태의 입자로 부유할 수도 있다. 예를 들어, 마이크로웨이브(M)가 조사되기 이전에 수용액(120) 내에 존재하는 이산화티타늄(130)은 구형(spherical)의 이산화티타늄일 수 있다(도 5a 참조).
- [0018] 한편, 본 발명의 변형된 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서, 이산화티타늄 및 수산화칼륨을 포함하는 수용액(120)을 제공하는 단계(S100)는, 물과 같은 용매에 이산화티타늄(130)을 먼저 첨가하는 단계 및 이산화티타늄(130)이 첨가된 용매에 수산화칼륨을 추가로 용해하는 단계를 순차적으로 포함할 수도 있다.
- [0019] 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 이산화티타늄 및 수산화칼륨을 포함하는 수용액(120)에 마이크로웨이브(M)를 조사하는 단계(S200)를 도해하는 도면이다.
- [0020] 도 3을 참조하면, 이산화티타늄 나노결정과 같은 이산화티타늄 나노구조체를 형성하기 위하여, 이산화티타늄 및 수산화칼륨을 포함하는 수용액(120)에 마이크로웨이브(M)를 조사할 수 있다. 본 명세서에서 언급하는 이산화티타늄 나노구조체는 이산화티타늄의 나노막대 및/또는 나노선과 같이 중형비가 큰 구조체를 포함할 수 있다. 형성된 이산화티타늄 나노결정의 형상과 물성은 마이크로웨이브(M)가 조사되는 진동수, 마이크로웨이브(M)가 조사되는 에너지, 마이크로웨이브(M)가 조사되는 온도, 마이크로웨이브(M)가 조사되는 시간 및 수용액(120) 내의 이산화티타늄과 수산화칼륨의 농도비(또는 중량비)를 조절함으로써 구현할 수 있다. 예를 들어, 마이크로웨이브(M)가 조사되는 진동수는 2400MHz 내지 2500MHz이며, 마이크로웨이브(M)가 조사되는 에너지는 100Watt 내지 300Watt이며, 마이크로웨이브(M)가 조사되는 온도는 200℃ 내지 280℃이며, 마이크로웨이브(M)가 조사되는 시간은 1.5 시간 내지 2.5 시간인 경우, 이산화티타늄 및 수산화칼륨을 포함하는 수용액(120)에서 이산화티타늄 나노결정이 형성됨을 확인하였다.
- [0021] 마이크로웨이브(M)를 조사한 이후에, 이산화티타늄 및 수산화칼륨을 포함하는 수용액(120) 내에 형성된 이산화티타늄 나노결정을 세척하고 건조하는 단계를 더 수행할 수 있다. 예를 들어, 마이크로웨이브(M)를 조사함으로써 수용액(120) 내에 형성된 이산화티타늄 나노결정을 염산(HCl)을 이용하여 세척하고, 세척된 이산화티타늄 나노결정을 오븐 내에 건조함으로써 이를 구현할 수 있다.
- [0022] 도 4a는 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 이산화티타늄의 나노막대를 구현하는 과정을 도해하는 도면이며, 도 4b는 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 이산화티타늄의 나노선을 구현하는 과정을 도해하는 도면이다. 또한, 도 5b는 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 마이크로웨이브를 조사한 이후에 형성된 이산화티타늄 나노막대의 SEM 사진이며, 도 5c는 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 마이크로웨이브를 조사한 이후에 형성된 이산화티타늄 나노선의 SEM 사진이다.
- [0023] 이산화티타늄 및 수산화칼륨을 포함하는 수용액(120)에 마이크로웨이브(M)를 조사함으로써 형성된 이산화티타늄 나노결정은 이산화티타늄 나노막대(도 4a 및 도 5b의 231) 및 이산화티타늄 나노선(도 4b 및 도 5c의 232) 중에서 적어도 어느 하나를 포함하는 이산화티타늄 나노구조체일 수 있다. 즉, 마이크로웨이브(M)를 조사함으로써 형성된 이산화티타늄 나노결정은, 이산화티타늄 나노막대(231)의 형태로 존재하거나, 이산화티타늄 나노선(232)의 형태로 존재하거나, 또는, 이산화티타늄 나노막대(231)와 이산화티타늄 나노선(232)이 함께 공존하는 형태로 존재할 수 있다. 이러한 형태는 마이크로웨이브(M)가 조사되는 진동수, 마이크로웨이브(M)가 조사되는 에너지, 마이크로웨이브(M)가 조사되는 온도, 마이크로웨이브(M)가 조사되는 시간 및 수용액(120) 내의 이산화티타늄과 수산화칼륨의 농도비(또는 중량비)를 적절하게 조절함으로써 구현할 수 있다. 이산화티타늄 나노막대(231)나 이산화티타늄 나노선(232)은, 예를 들어, 태양전지의 광촉매로 응용이 가능하며, 나노막대나 나노선의 형태를 가지는 광촉매는 전자의 이동이 보다 용이해지는 효과를 기대할 수 있다.
- [0024] 도 6a는 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 마이크로웨이브를 조사한 이후에 형성된 이산화티타늄 나노막대의 EDS 데이터를 나타낸 그래프이며, 도 6b는 본 발명의 일 실시예에 따른 이산화티타늄 나노구조체의 제조방법에서 마이크로웨이브를 조사한 이후에 형성된 이산화티타늄 나노막대의 XRD 데이터를 나타낸 그래프이다.
- [0025] 도 6a를 참조하면, 마이크로웨이브를 조사한 이후에 형성된 이산화티타늄 나노막대(231)에 대한 EDS 성분 분석



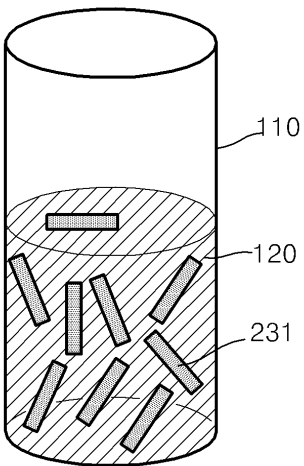
도면2



도면3

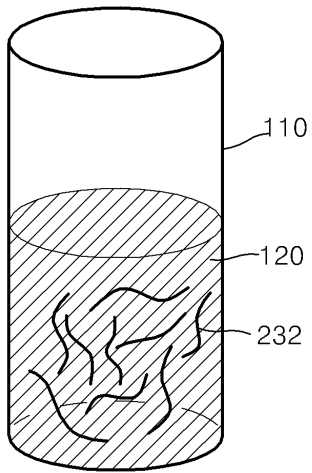


도면4a

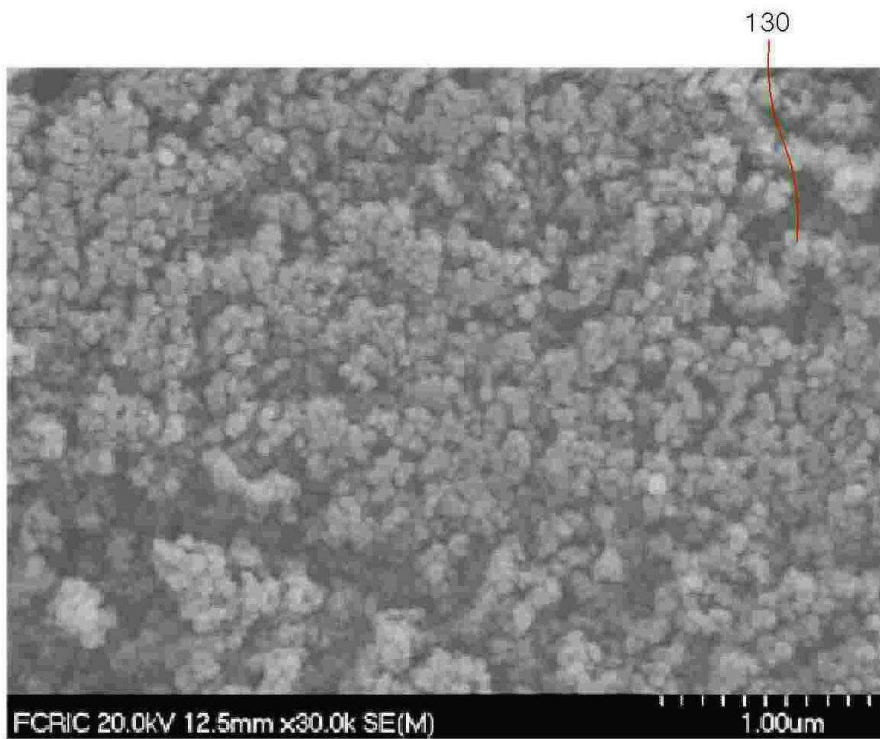




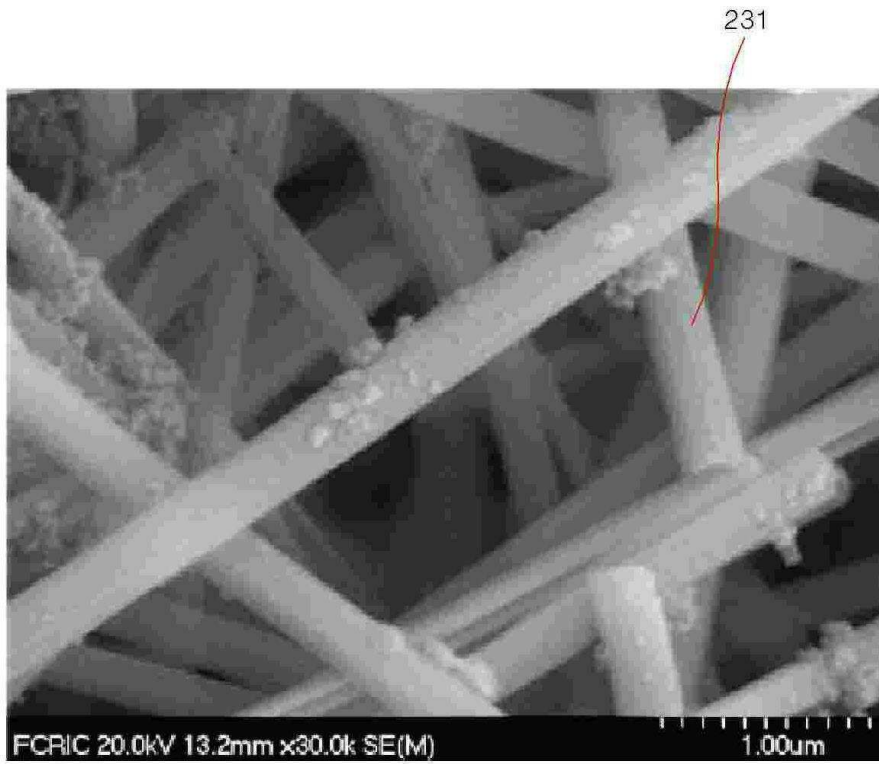
도면4b



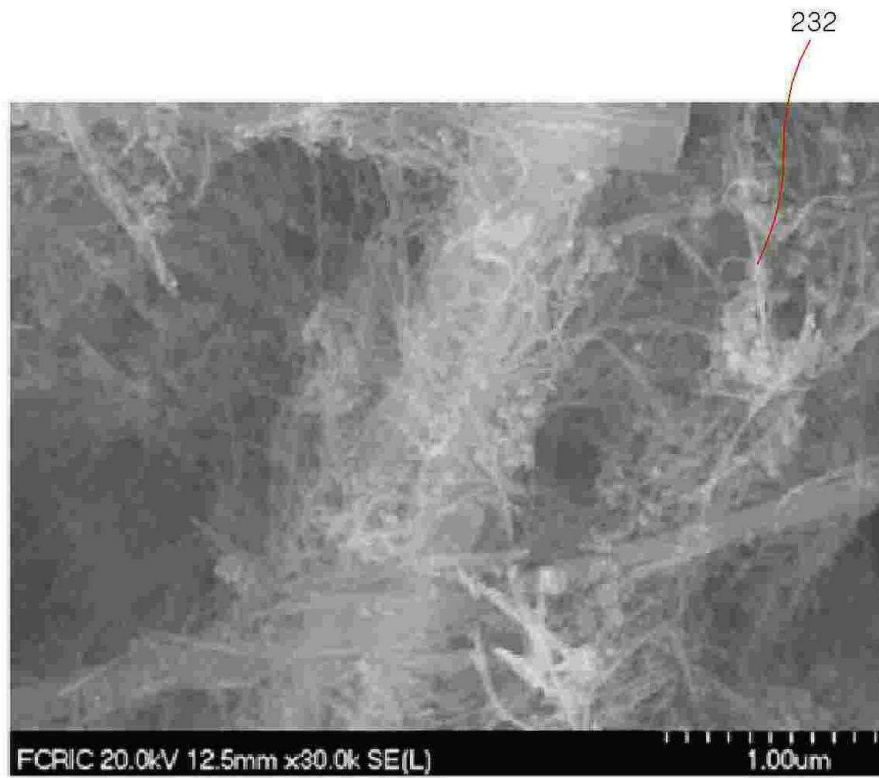
도면5a



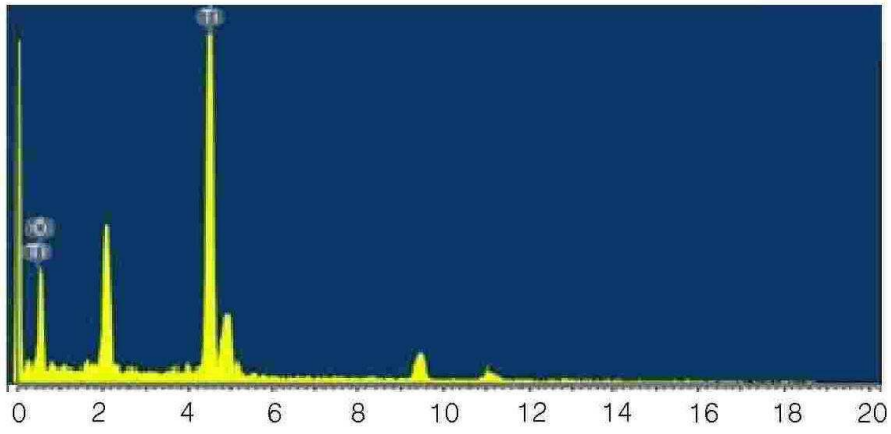
도면5b



도면5c



도면6a



도면6b

