

자성 광촉매용 $\text{TiO}_2\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 나노복합분말의 합성 Synthesis of $\text{TiO}_2\text{-Fe}_2\text{O}_3$ Magnetic Photocatalyst Nanocomposite Powder

이창우, 김순길, 이재성
한양대학교 재료화학공학부 나노입자재료기술 연구실
(zirco93@ihanyang.ac.kr)

대기나 물에 용해된 여러 가지 유해한 유기물을 분해하기 위한 방안으로서 다양한 광촉매 재료를 이용하려는 시도가 진행되고 있다. 하지만 광촉매 반응은, 현탁액 내에서 submicrometer 크기를 갖는 반도체재료에서 발생하므로 처리된 폐수로부터 촉매를 제거해야 하는 정제과정(downstream process)이 필요하며, 이는 경제적인 측면에서 큰 경비를 요구하게 된다. 이를 해결하기 위하여, 가장 우수한 광촉매 재료로 평가받는 TiO_2 를 glass beads, sands, silica gel 등의 물질에 고정시키거나, TiO_2 를 자성 입자에 코팅시킨 형태인, 자성 광촉매입자를 응용하려는 연구가 최근 활발하게 진행되고 있다. 따라서 본 연구에서는 광촉매의 고정화와 재활용 효율을 향상시키기 위하여 TiO_2 나노입자를 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 나노입자의 표면에 코팅하여 나노입자의 큰 비표면적을 활용하고 미세구조를 제어하여 입자간의 고정특성과 자기적 특성의 제어기술을 확립하고자 하였다.

TiO_2 나노입자의 제조를 위한 전구체로서 TTIP를 선택하였으며 5 ml의 TTIP를 25 ml의 ethanol과 혼합한 뒤, ice bath에서 교반하였다. 또한 25 ml의 ethanol에 TTIP의 가수분해를 위한 0.5 ml의 물과 촉매로서 0.5 ml의 HCl을 혼합한 뒤, TTIP/ethanol 용액에 천천히 공급하였다. 용액 내에서 TiO_2 sol이 형성되면서 용액의 색깔이 우유빛으로 변하였다. 이 때 core 입자로서 1g의 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 나노입자(NanoTek® Iron Oxide, 99.5+%)를 용액 내에 첨가하여 30분동안 aging하였다. 이후, 1~2 ml의 물을 TiO_2 gel이 형성될 때까지 공급하였고 12시간동안 실온에서 aging하였다. 비정질의 TiO_2 는 500°C에서 6시간 동안의 열처리를 통하여 결정화됨으로써 $\text{TiO}_2\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 자성 광촉매 나노입자를 제조하였다.

제조된 코팅 나노분말에 대한 XRD 분석결과, anatase상을 갖는 TiO_2 입자와, γ 상의 Fe_2O_3 나노입자로 구성되었음을 확인하였다. 광촉매 반응에 있어서 가장 유리한 TiO_2 의 결정상이 anatase이므로, 500°C에서의 열처리 과정을 통하여 비정질에서 순수한 anatase상으로 결정화가 이루어진 것은 입자의 화학적 조성에 대한 합성조건이 최적화 되어있음을 나타내고 있다. Scherrer식을 이용하여 각 입자의 결정크기를 계산한 결과, TiO_2 와 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 는 각각 40 nm와 58 nm를 나타내었다. TEM을 이용한 미세구조의 관찰결과, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ core입자의 표면에 TiO_2 가 코팅된 core-shell 구조를 나타내었다. 또한 코팅입자간의 응집이 발생하였으며, core 입자로 사용된 상용 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 나노입자의 넓은 입도분포에 의하여 코팅입자 또한 10~60 nm의 넓은 입도분포 범위를 나타내었다. BET 측정을 통하여 입자의 비표면적을 조사한 결과, 약 300 m^2/g 을 나타내었으며, FT-IR 분석결과 TiO_2 입자의 표면에 hydroxyl(OH) group이 관찰되었다. 이는 본 연구에서 제조된 코팅입자의 표면특성이 기존의 Beydoun과 Amal 등의 여러 연구결과에서 요구하는 자성 광촉매 입자의 조건을 만족시키는 결과이다. VSM을 이용한 자기적 특성의 조사결과, 기존의 벌크 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 경우에 해당하는 100 Oe이상의 보자력(Hc) 값과 매우 낮은 포화자화 값을 나타내었다. 이는 수처리시 입자간의 응집을 일으킬 수 있으므로 광촉매 효율을 저하시키는 요인이 된다. 따라서 입도분포가 균일하고 순수한 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 상을 갖는 자성 나노입자를 core로 사용함으로써 폐수내에서의 분산도를 향상시키고 유기물에 대한 반응면적과 촉매의 회수를 통한 재활용 효율을 증가시키는 방안이 요구된다.