

CVS로 합성된 (V, W, Mo)-doped TiO<sub>2</sub> 나노분말의 구조분석  
 Microstructural analyses of (V, Mo, W)-doped TiO<sub>2</sub> nanopowders  
 synthesized by AACVS

지현석<sup>1\*</sup>, 박 훈<sup>1,2</sup>, 서경원<sup>1,3</sup>, 안재평<sup>1</sup>, 박종구<sup>1</sup>

1. 한국과학기술연구원 나노재료연구센터
2. 고려대학교 재료공학과
3. 고려대학교 화학생명공학과

TiO<sub>2</sub> 나노분말은 아나타제(anatase), 루틸(rutile), 부루카이트(brookite) 등 여러 상(phase)을 갖고 있다. 약 50nm 정도의 작은 크기를 갖는 TiO<sub>2</sub> 나노분말은 광화학반응을 일으키는 반도체 특성을 나타내는데 TiO<sub>2</sub>의 아나타제(anatase)상은 밴드갭이 3.2eV 이며 태양에너지로부터 전기를 얻거나 물을 분해하여 수소를 합성하거나 공해물질을 분해하는 등에 폭넓게 사용되고 있다. TiO<sub>2</sub> 나노분말은 기상법(AACVS 또는 화염법, 가수분해법(수증기 등) 또는 액상법(sol-gel, 가수분해법 등)으로 합성된다. 지금까지 합성된 TiO<sub>2</sub> 나노분말은 태양광의 5% 미만을 활용할 수 있는 한계점을 갖고 있어서 넓은 파장 범위에서 사용가능하도록 하기위하여 불순물 첨가 (doping) 등의 많은 연구가 진행되고 있다. 본 연구에서는 V, Mo, W 등의 불순물(dopants)을 TiO<sub>2</sub>에 첨가하기 위하여 AACVS(Aerosol-Assisted Chemical Vapor Synthesis)법을 이용하였으며 V, Mo, W 등의 불순물(dopants)이 첨가된 10nm 크기의 균일한 크기의 구형 티타니아 분말을 얻었다. TiO<sub>2</sub> 전구체는 TTIP (Tetra-Titanium Isopropoxide)를 사용하였고 불순물 (dopants) 전구체는 V(Vanadium oxitriisopropoxide), Mo(Molebudeum Isopropoxide), W (Tungsten Isopropoxide)를 전구체로 사용하였다. 전구체 이송가스로는 헬륨가스를, 산화제로 산소가스를 사용하여 헬륨가스 / 산소가스=5.0 / 3.0 slm 유량 조건에서 합성하였다. 합성된 분말은 재료의 상분석을 위해 XRD(Bruker D8 Advance) 미세구조 분석을 위해 HR-TEM(Tecnai G2), 그 외 DRS (Diffused Reflectance Spectroscopy), EPR (Electron Paramagnetic Resonance) 등을 이용하여 관찰하였다. 그림 1. 은 vanadium 첨가량에 따른 XRD 회절 분석결과이다. XRD회절 결과에 있어 도핑에 따른 2차상은 나타나지 않고 있어서 균일한 도핑이 되는 것을 확인할 수 있다. 0.1%로부터 10%까지 vanadium 을 첨가함에 따라 anatase (101) 이 1%부터 저각으로 이동하는것이 보이는데 이는 TiO<sub>2</sub> 에 불순물(dopants)이 첨가됨에 따라 TiO<sub>2</sub> 내의 팔면체 혹은 사면체를 왜곡시킴을 의미한다.

불순물 (dopants) 첨가량에 따른 anatase의 반각폭(FWHM) 변화는 거의 없어서 첨가에 따른 입자크기변화는 거의 없음을 알 수 있다. 그림 2는 W, Mo 첨가량에 따른 XRD 회절 분석결과이다. V의 경우와는 달리 W, Mo 첨가량에 따른 anatase (101)의 이동은 관찰할 수 없었다. 따라서 TiO<sub>2</sub>의 장범위 규칙성을 도핑에 의해서 왜곡되는 것은 V의 경우보다 덜 한 것으로 나타났다으며 V의 경우가 화학적 친화성(chemical affinity)이 더 좋은 것으로 나타났다. 그림 3은 vanadium 첨가량에 따른 투과전자현미경 관찰 결과이며 VxOy 등의 이차상은 발견할 수 없었고 매우 균일한 크기의 아나타제 분말이 합성되었음을 알 수 있다.

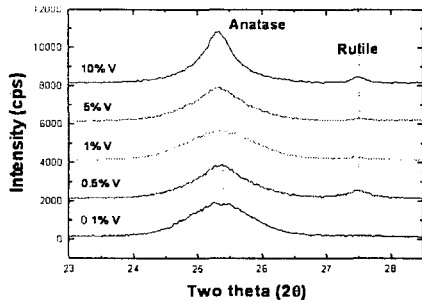


Fig. 1 X-ray diffraction pattern of V doped.

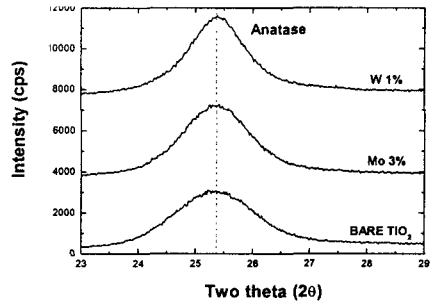


Fig. 2 X-ray diffraction pattern of Mo, W doped.

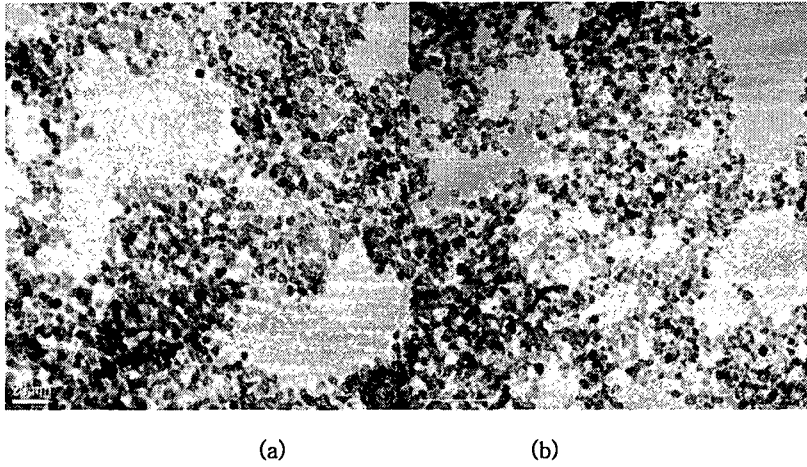


Fig. 3. TEM microstructure of  $\text{TiO}_2$  nanopowder (a) Undoped  $\text{TiO}_2$ , (b) Vanadium 1.0% doped