

열처리 조건에 따른 TiO₂ 나노튜브의 결정구조 및 형상 변화

Crystallization and Phase Transition of TiO₂Nanotubes by Heat Treatment.

이주영*, 문성모, 정용수
 재료연구소 (E-mail: young32@kims.re.kr)

초 록: 수용액에서 양극산화법을 이용하여 티타늄 표면에 TiO₂ 나노튜브를 형성시켰고, XRD 및 전자현미경을 통해 열처리를 한 TiO₂ 나노튜브 소재표면, 계면구조를 관찰하였으며, 이는 향후 나노튜브의 결정구조를 제어할 수 있는 자료로 활용 될 것으로 기대된다.

1. 서론

최근 양극산화법을 이용하여 금속 표면에 규칙적인 나노구조를 제조할 수 있는 방법들이 널리 연구되어 지고 있으며 이용 분야도 무기 분리막, 임플란트의 표면 처리, 태양전지의 전극 등 다양한 분야에 적용 되어 지고 있다. 본 연구에서는 양극 산화법을 이용하여 티타늄 표면에 TiO₂ 나노튜브를 형성하였고, 열처리 조건에 따른 TiO₂ 나노튜브의 결정구조 및 형상 변화를 관찰하였다.

2. 본론

TiO₂ 나노튜브는 20℃, 2 M H₃PO₄ + 0.3 M HF 수용액에서 양극산화법을 통해 형성하였다. 형성된 TiO₂ 나노튜브는 여러 온도와 시간에서 열처리를 실시하였으며 이를 통해 변화된 표면구조 및 결정구조는 FE-SEM 과 XRD를 통해 분석하였다.

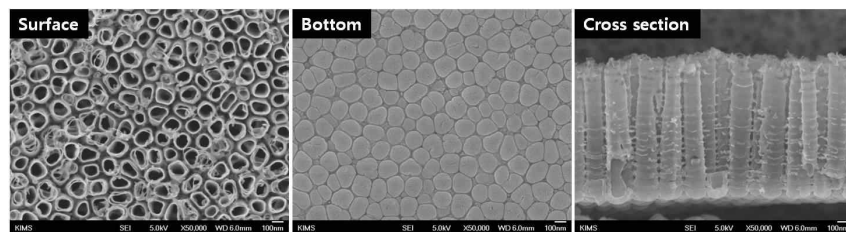


Fig. 1. FE-SEM images of TiO₂ nanotubes formed for 2h at 25V in 2M H₃PO₄ + 0.3M HF electrolyte.

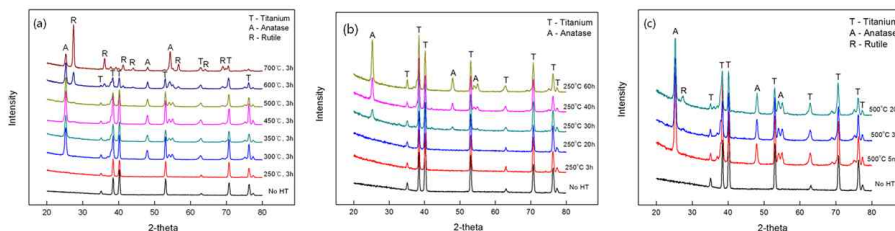


Fig. 2. XRD patterns of TiO₂ nanotubes formed at 25V for 2h in 2M H₃PO₄ + 0.3M HF annealed at (a)250~750℃ for 3 h, (b) 250℃ for 3~60 h, (c) 500℃ for 5 min~20 h.

3. 결론

그림1은 양극산화 후 TiO₂ 나노튜브의 표면, 바닥면 그리고 단면구조를 나타낸 그림으로 2M H₃PO₄ + 0.3M HF의 전해액에서 2시간동안 형성시킨 나노튜브의 길이는 최대 1.2 um, 직경의 크기는 140nm로 성장함을 관찰할 수 있었다. 그림 2의 (a)는 3시간동안 다양한 열처리 온도에 따른 TiO₂ 나노튜브의 결정구조의 변화를 관찰한 그림으로 열처리 온도에 따라서 TiO₂ 나노튜브는 비정질인 amorphous 상에서 anatase 및 rutile상으로 결정구조변화가 일어남을 확인할 수 있다. 그림 2의 (b)는 250℃에서 열처리 시간에 따른 TiO₂ 나노튜브의 결정구조를 관찰한 그림으로서 열처리를 30시간 이상 할 경우 anatase로의 결정구조 변화가 일어남을 알 수 있다. 그림 2의(c) 500℃에서 열처리 시간에 따른 TiO₂ 나노튜브의 결정구조를 관찰한 그림으로서 500℃의 온도에서 5분간의 열처리에 anatase상이 나타나며, 20시간 이상 열처리를 하게되면 rutile로의 결정구조변화가 일어난다.

참고문헌

1. Mor G K, Varghese O K, Paulose M, et al, Sol Energy Mater Sol Cells 90 (2006) 2011.
2. A. Rothschild, F. Edelman, Y. Komen, and F. Cosandey, Sens. Actuat. B 67 (2000) 282.
3. T. J. Webster and J. U. Ejiolor, Biomaterials 25 (2004) 4731.