

## Sol-Gel 법에 의한 $\text{TiO}_2$ 코팅 Sol의 제조와 평가

김현규, 황동원, 배상원, 이경희, 이재성  
포항공과대학교, 화학공학과/환경연구소

### Preparation and synthesis of $\text{TiO}_2$ coating sol by sol-gel method

H.G.Kim, D.W.Hwang, S.W.Bae, K.H.Lee and J.S.Lee

Department of Chemical Engineering/Institute of Environmental and Energy Technology,  
Pohang University of Science and Technology

#### 서론

현재 전 세계적으로 관심의 대상이 되고 있는 것들 중의 하나는 지구 환경과 우리 인체에 직접적으로 악 영향을 주는 유독성물질의 완전분해 및 제어하는 기술을 개발하는 것이다. 이러한 유해물질의 완전분해 및 처리를 위하여 많은 연구(수처리, 대기 오염물질 처리 등과 같은 연구)가 진행되어지고 있다. 최근 이러한 유독성화합물을  $\text{TiO}_2$  광 촉매를 이용하여 완전 분해하는 연구가 활발히 진행되고 있다. 특히  $\text{TiO}_2$  광촉매 표면에 흡착된 Volatile organic carbon (VOC)과 같은 유독성물질은  $\text{TiO}_2$ 의 강력한 산화반응에 의하여 분해되어진다는 것이 보고되고 있다. 또한  $\text{TiO}_2$  광촉매는 공기청정필터 및 항균 타일 건축용 자재, 등의 여러 분야에 응용되어지고 있어  $\text{TiO}_2$  광촉매의 활용범위는 상업적으로도 주목받고 있다.  $\text{TiO}_2$  광촉매를 상업적인 분야에 응용하기 위해서는  $\text{TiO}_2$  광촉매를 고정화하여 사용하는 경우가 많다.  $\text{TiO}_2$  광촉매를 powder로 사용할 경우에는 사용한 후에 입자들의 회수 등의 문제가 있어서, powder의 형태로는 실험실연구에서 주로 사용하는 경우가 많다.  $\text{TiO}_2$  광촉매를 고체 지지체 (유리, 시멘트, 동판, 수지, 알루미늄, 도자기)에 고정화하여 상업적으로 활용하려는 연구가 많이 진행되고 있다. 특히 고체 지지체로 유리재료는  $\text{TiO}_2$ 를 코팅한 후 코팅상태, 광촉매 활성 및 광학적 특성을 조사하는데 유용하므로 일반적으로 실험실에서 많이 사용하며,  $\text{TiO}_2$  코팅방법으로는 스핀코팅, 침식코팅, 스프레이 코팅 등이 있다. 현재 많은 연구소와 기업에서 상업화  $\text{TiO}_2$  코팅 sol의 개발에 관한 좋은 연구결과를 가지고 있지만, 액체분산물질에  $\text{TiO}_2$ 가 일정한 크기로 장시간 안정하게 존재하는 상용화  $\text{TiO}_2$  광촉매의 개발은 늦어지고 있다.

본 연구는 상업화  $\text{TiO}_2$  코팅 sol의 개발을 위하여 sol-gel법을 이용하여  $\text{TiO}_2$  입자크기를 제어함과 동시에 스핀코팅 후,  $\text{TiO}_2$ 의 코팅상태와 코팅된 재료의 광학적 성질을 조사하였다.

## 본론

그림 1에 제조경로를 나타내었다.  $\text{TiO}_2$  sol을 만들기 위하여, 적절한 몰비로 Titanium isopropoxide 및 Titanium butoxide를 IPA에 분산하여 초음파로 20분간 처리한 후에 5시간동안 교반기로 혼합하였다. 그리고 각각의 유리 용기 속에 있는 Titanium isopropoxide 및 Titanium butoxide에  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{HNO}_3$ , IPA가 혼합된 용액을 다시 첨가한 후에 24시간 동안 혼합하였다. 그리고 최적의 조건 하에서 반응을 멈추어서  $\text{TiO}_2$  sol을 완성하였다. 제조되어진  $\text{TiO}_2$  sol은 spin coater를 이용하여 석영유리에 코팅하였다. 코팅되어진 재료의 평가는 XRD, SEM, UV-Vis spectrophotometer를 이용하였다.

그림2에 일정한 양의  $\text{TiO}_2$  Sol을 취하여 대기 중에서 알코올을 증발시킨 후에 시료를  $300\text{-}500^\circ\text{C}$ 에서 열처리한 후 얻어진 시편의 분말 XRD Pattern을 나타내었다.  $300^\circ\text{C}$  열처리에서 Anatase 결정이 석출되기 시작하였고,  $400\text{-}500^\circ\text{C}$  열처리에서는 Anatase 결정이 완전히 성장되어있음을 나타내고 있다. 일반적으로 Amorphous  $\text{TiO}_2$ 를  $400\text{-}500^\circ\text{C}$  열처리하여  $\text{TiO}_2$  광촉매(Anatase 결정으로 되어져 있는  $\text{TiO}_2$ )로 사용하고 있으며, 또한  $400\text{-}500^\circ\text{C}$  열처리 범위에서 광촉매 활성이 좋다는 것이 잘 알려져 있다. 본 연구에서 제조한  $\text{TiO}_2$  Sol을 유리물질에 코팅하여  $400\text{-}500^\circ\text{C}$  열처리하면 Anatase 결정이 생성되어진다는 것을 그림 1의 연구 결과로부터 알 수 있다.

그림 3은  $\text{TiO}_2$  Sol을 석영유리 지지체에 스펀코팅을 한 재료와 석영유리의 광투과율을 결과이다. 석영유리의 경우  $210\text{nm}$ 의 단파장의 투과율은  $80\%$ 이며, 광흡수 영역을  $200\text{nm}$ 이하로 보인다.  $\text{TiO}_2$  Sol을 석영유리 지지체에 스펀코팅을 한 후에  $500^\circ\text{C}$ 에서 2시간 열처리한 시료의 광 투과특성을 보면  $350\text{nm}$  부근에서 광흡수가 일어남을 알 수 있다. 또한 석영유리 지지체와  $\text{TiO}_2$ 가 코팅된 지지체의 투과율( $400\text{-}800\text{nm}$ 의 파장범위의 투과율)이 다른 것은 지지체 표면에 코팅된  $\text{TiO}_2$  anatase 결정의 굴절율이 높은 관계로 일어나는 현상이다. 그림 2의  $\text{TiO}_2$  코팅 재료의 광학적 특성은  $\text{TiO}_2$  anatase 결정분말의 광학적 특성과 일치하고 있다. 즉  $\text{TiO}_2$  Sol을 석영유리 지지체에 스펀코팅을 한 후  $500^\circ\text{C}$ 로 열처리한 재료의 표면에  $\text{TiO}_2$  anatase 결정이 잘 성장되어있음을 나타낸다.

그림 4는  $\text{TiO}_2$ 가 코팅된 석영유리 지지체의 표면을 SEM으로 관찰한 결과이다. 그림 3의 (A, B)는 스펀코팅기의 스펀속도를 일정하게 고정시킨 후  $\text{TiO}_2$  Sol을 4회 코팅하여 제조한 시료를  $500^\circ\text{C}$ 에서 2시간 열처리하여 제조한 재료의 표면이다.  $\text{TiO}_2$ 가 코팅된 표면

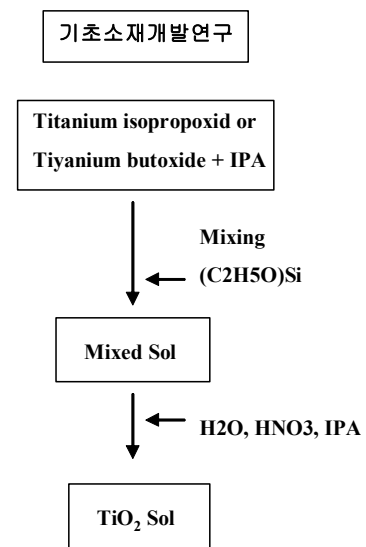


Fig. 1. Flowchart for preparing  $\text{TiO}_2$  sol by sol-gel method

에는 어떠한 crack현상도 보이지 않으며,  $\text{TiO}_2$ 가 아주 잘 코팅되어져 있음을 알 수 있다. 그림 3의 (C, D)는  $\text{TiO}_2$  Sol을 5회 코팅하여 제조한 시료를  $500^\circ\text{C}$ 에서 2시간 열처리하여 제조한 재료의 표면이다.  $\text{TiO}_2$  코팅 표면은 심한 crack현상 나타내고 있으며,  $\text{TiO}_2$ 가 잘 코팅되어져 있지 않다는 것을 알 수 있다. 따라서  $\text{TiO}_2$  Sol를 석영유리 지지체에 코팅할 경우 4회 코팅이 광 투과율과 코팅상태가 좋다는 것을 본 연구를 통하여 알 수 있었다.

### 결론

상업화  $\text{TiO}_2$  코팅 sol의 개발을 위하여 sol-gel법을 이용하여  $\text{TiO}_2$  sol를 제조하였다. 그리고 제조한  $\text{TiO}_2$  sol을 석영 유리에 코팅하여 광학적 특징과 코팅상태를 조사하였다. 그 결과  $\text{TiO}_2$  sol을 석영 유리에 4회 코팅할 경우 제일 안정적으로 코팅상태를 유지함과 동시에 crack이 전혀 일어나지 않고, 광학적으로 분말  $\text{TiO}_2$  광촉매와 같은 광학적 특성을 나타내었다. 또한 안정한 코팅용  $\text{TiO}_2$  sol의 제조에 성공하였다.

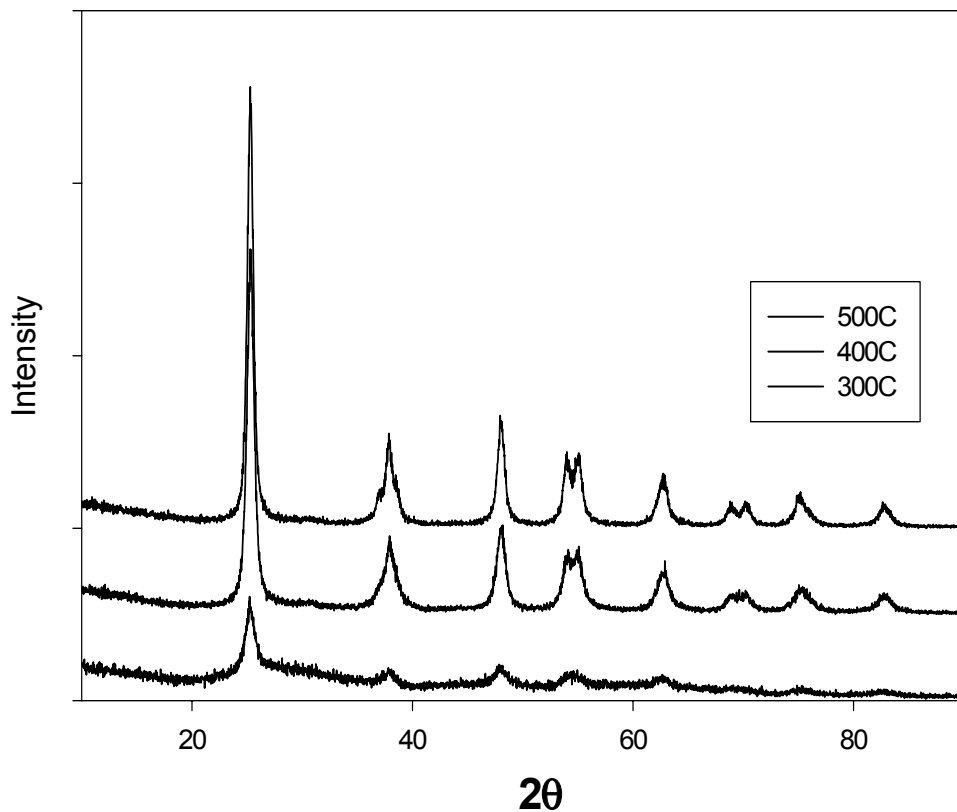


Fig. 2 XRD patterns at room temperature for heat-treated samples of  $\text{TiO}_2$

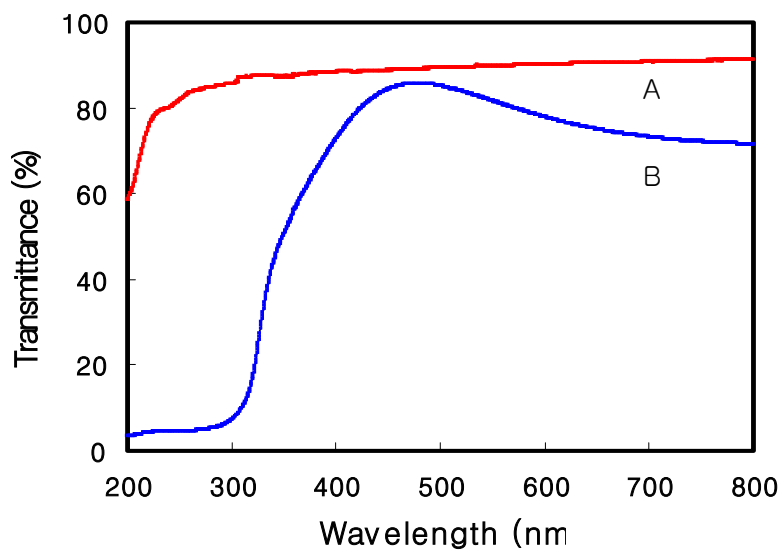


Fig. 3. Optical transmittance spectra for the TiO<sub>2</sub> coated glass and the original glass

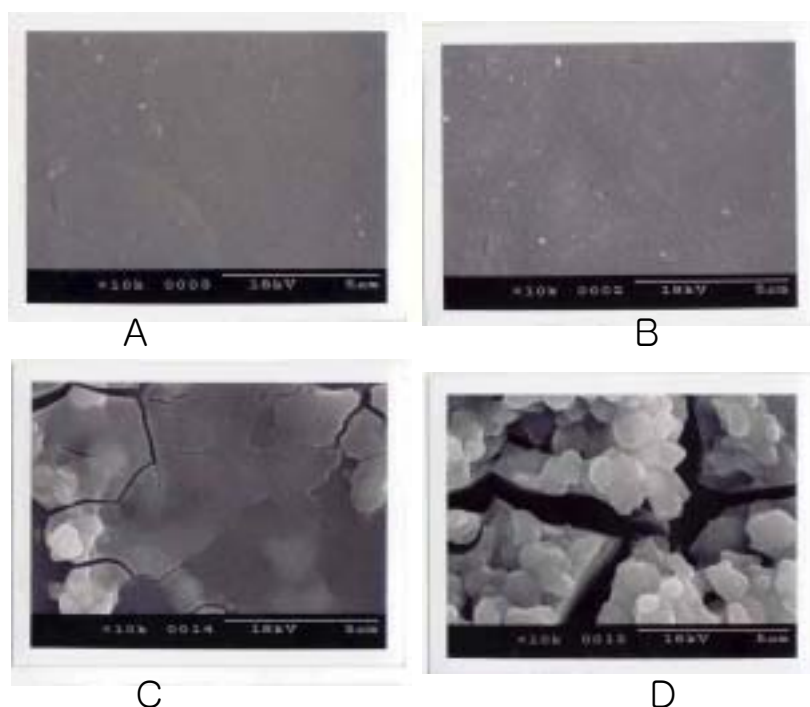


Fig. 4. SEM photographs of TiO<sub>2</sub> coated glasses.