

## 용매화열분해법에 의한 $\text{TiO}_2$ -그라펜복합재료의 제조와 그것의 구조에 대한 연구

양진현, 김유성, 현은철

위대한 수령 김일성동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《기초과학부문에 대한 연구사업을 강화하여야 하겠습니다.》(《김일성전집》 제72권 292페이지)

$\text{TiO}_2$ -그라펜복합재료는  $\text{TiO}_2$ 의 빛흡수대역이 작고 빛효율이 작은 결함을 극복하기 위하여 설계된 새로운 형태의 빛촉매재료이다.

$\text{TiO}_2$ -그라펜복합재료는  $\text{TiO}_2$ 를 그라펜과 복합하여 유기물흡착특성을 높이고 러기된 전자와 구멍을 효과적으로 분리하여 빛효율을 증가시키며 보임빛대역으로 빛흡수대역을 확장시킨것으로 하여 종전의  $\text{TiO}_2$ 계빛촉매에 비하여 빛촉매성능이 훨씬 개선되였다.[1-3]

우리는 산화그라펜(GO)과 테트라부톡시티탄혼합물의 용매화열분해법에 의하여  $\text{TiO}_2$ -그라펜복합재료를 제조하고 그 구조를 분석하였다.

### 실험 방법

시약으로는 부타놀(분석순), GO(1%용액 자체합성), 테트라부톡시티탄(분석순), 과산화수소(분석순)를, 장치로는 초음파분산기, 교반기, 용매화열분해반응기(자체제작), 비커, 가열기, 랭각기를 리용하였다.

부타놀:GO(용액비)가 2:1 되게 잘 혼합한 다음 초음파분산장치(300W)에서 3min동안 초음파분산시킨다. 이때 용액은 재빛색으로 된다. 여기에 테트라부톡시티탄 50g을 첨가하고 교반기에서 30min동안 교반시킨 다음 과산화수소 5mL를 천천히 첨가하고 10min동안 교반시켰다. 반응결과 노란색의 용액이 얻어졌다.

이 용액을 용매화열분해반응기에 넣고  $200^\circ\text{C}$ 에서 10h동안 반응시켰다. 반응이 끝난 다음 용액을 세척하고 원심분리한 후  $100^\circ\text{C}$ 에서 건조시켰다.

건조된 시료는 연보라색을 띠었다.

### 실험결과 및 해석

XRD도형에 의한 재료의 구조분석 합성한  $\text{TiO}_2$ -그라펜을 X선회절분석기(《Rigaku D/max-rc》)로 분석하였다. 비교를 위하여 같은 실험조건에서 GO를 첨가하지 않고 합성한  $\text{TiO}_2$ 를 함께 분석하였다.

얻어진 XRD도형은 그림 1과 같다.

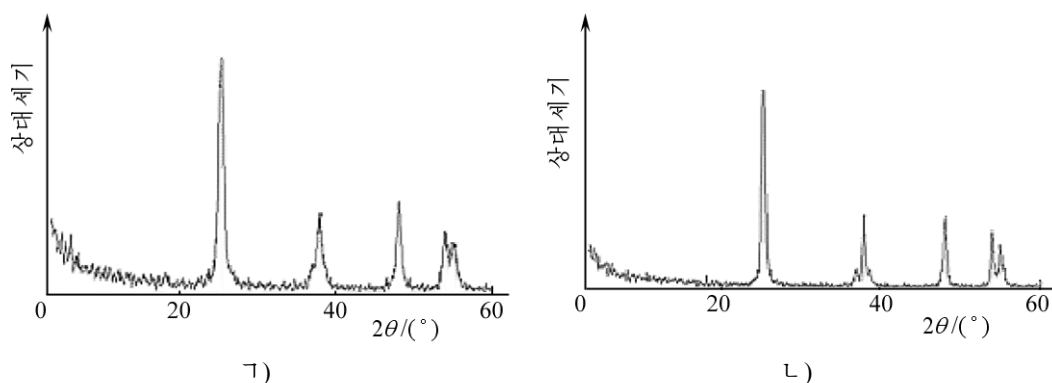


그림 1. 생성물의 XRD도형  
 ㄱ)  $\text{TiO}_2$ , ㄴ)  $\text{TiO}_2$ -그래핀복합재료

그림 1에서 보는바와 같이  $25.35^\circ$ 근방에서 극대봉우리가 나타났다. 즉 얻어진  $\text{TiO}_2$ 이 아나타즈형구조를 가진다는것을 알수 있다.

반파법으로 립자크기를 계산한 결과  $\text{TiO}_2$ 립자의 크기는  $30.9\text{nm}$ ,  $\text{TiO}_2$ -그래핀복합재료립자의 크기는  $17.4\text{nm}$ 이다.

용매화열분해과정에 산화그래핀에 존재하던 함산소기능단(히드록실기, 에폭시드기, 케톤기, 카르보닐기 등)들이 테트라부톡시티탄과 반응하여  $\text{Ti}-\text{O}-\text{C}$ 결합을 형성하면서 그래핀이  $\text{TiO}_2$ 결정성장에 필요한 지지체로 작용하게 된다.[1-3] 그러므로 분산제의 도움이 없이도  $\text{TiO}_2$ 결정들은 그래핀우에서 함산소기능단을 중심으로 분산되어 성장하게 된다. 결국  $\text{TiO}_2$ 에 비하여  $\text{TiO}_2$ -그래핀복합재료에서 결정의 크기가 작아지게 된다.

SEM사진에 의한 재료의 구조분석  $\text{TiO}_2$ -그래핀복합재료를 전자현미경(《JED-2300》)으로 분석한 결과는 그림 2와 같다. 여기서 투명한 부분은 그래핀막이고 거기에 분산되어있는 흰색으로 보이는 알갱이가  $\text{TiO}_2$ 립자이다.

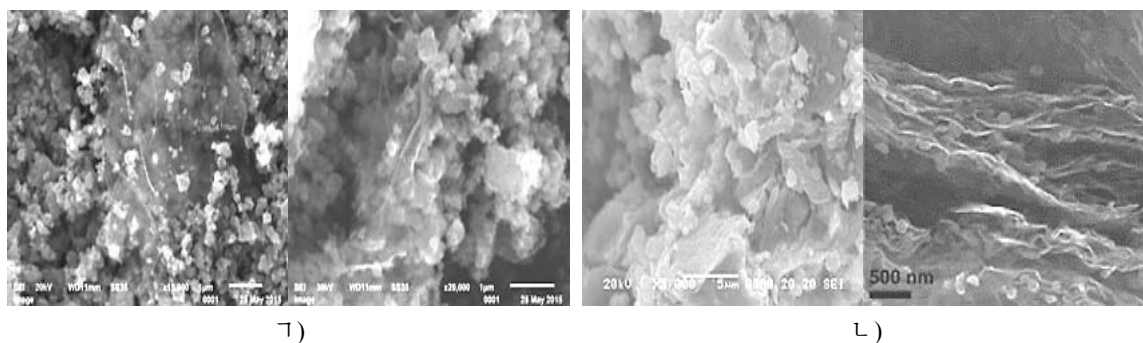


그림 2. SEM사진

ㄱ)  $\text{TiO}_2$ -그래핀복합재료, ㄴ) 선행연구결과[3]

그림 2에서 보는바와 같이 그래핀표면에  $\text{TiO}_2$ 나노립자들이 분산되어있다는것을 알수 있다. 이것은 용매화열분해과정에 산화그래핀의 표면에 존재하던 함산소기능단들과 테트라부톡시티탄사이의 반응과정에  $\text{Ti}-\text{O}-\text{C}$ 결합이 형성되고 이것을 중심으로 하여 그래핀 표면에서  $\text{TiO}_2$ 이 형성된다는것을 보여준다.

## 맺는말

용매화열분해법으로 산화그래핀과 테트라부톡시티탄으로부터  $\text{TiO}_2$ -그래핀복합재료를 제조하고 XRD분석과 SEM사진을 통하여 복합재료의 구조를 분석하였다.

## 참고문헌

- [1] Qunjun Xiang et al.; Chem. Soc. Rev., 41, 782, 2012.
- [2] Siangpiao Cai et al.; Bull. Mater. Sci., 36, 5, 869, 2013.
- [3] Václav Štengl et al.; Chemistry Central Journal, 7, 1, 41, 2013.

주체104(2015)년 10월 5일 원고접수

**Preparation of  $\text{TiO}_2$ -Graphene Compound Material  
by Solvothermal Method and Its Structure**

*Yang Jin Hyon, Kim Yu Song and Hyon Un Chol*

We prepared  $\text{TiO}_2$ -graphene compound material from graphene oxide and tetrabutoxy titanium by solvothermal method and analyzed the structure of material through XRD analysis and SEM image.

Key words:  $\text{TiO}_2$ -graphene compound, solvothermal method