



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2018년12월17일
(11) 등록번호 10-1929469
(24) 등록일자 2018년12월10일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01G 23/047 (2006.01) C01G 23/08 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C01G 23/047 (2013.01)
C01G 23/08 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2017-0089253
(22) 출원일자 2017년07월13일
심사청구일자 2017년07월13일
(65) 공개번호 10-2018-0008325
(43) 공개일자 2018년01월24일
(30) 우선권주장
1020160088843 2016년07월13일 대한민국(KR)
(56) 선행기술조사문헌
POLYMER 50 (2009) 3095-3102*
CHEM. MATER. 2008 20 1292-1298
KR1020110017848 A
KR1020110030603 A
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
씨케이에프에스티 주식회사
충청남도 천안시 서북구 성환읍 와우1길 14
(72) 발명자
나차수
서울특별시 양천구 목동동로 130 신시가지14단지
아파트 1419동 803호
천원용
경기도 수원시 권선구 매송고색로506번길 17 청구
아파트 204동 901호
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
나승택

전체 청구항 수 : 총 6 항

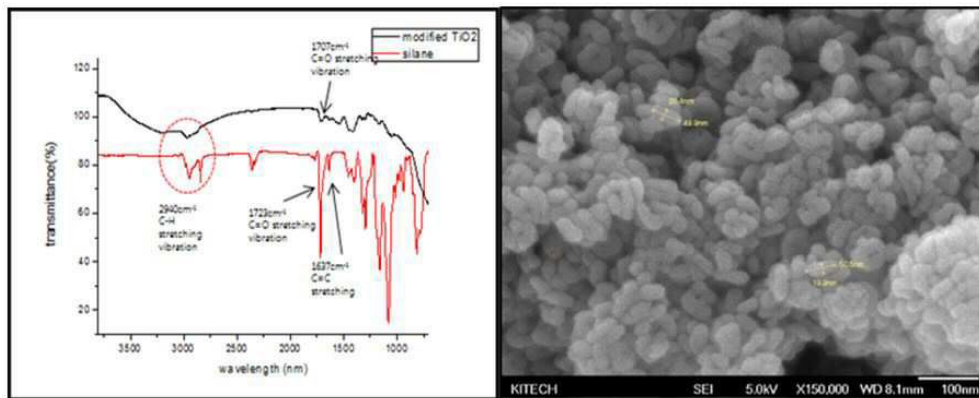
심사관 : 강민구

(54) 발명의 명칭 이산화티타늄의 표면 개질 방법

(57) 요약

본 발명은 이산화티타늄을 건조시키고, 상기 건조된 이산화티타늄을 용매에 분산시키며, 상기 용매에 분산된 이산화티타늄에 유기실란 화합물, 암모니아 및 물을 첨가하여 반응시킴으로써 균일한 입자 크기 및 형상을 갖는 이산화티타늄의 표면 개질 방법에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

이상국

경기도 용인시 수지구 상현로 119-6 101동 1701호
(상현동, 상현마을현대성우5차아파트)

송호준

충청남도 천안시 서북구 봉정로 366, 107동 402호
(두정동, 한성3차필하우스아파트)

명세서

청구범위

청구항 1

다음의 단계들을 포함하는 이산화티타늄의 표면 개질 방법:

- 1) 이산화티타늄을 건조시키는 건조단계;
- 2) 상기 건조된 이산화티타늄을 용매에 분산시키는 분산단계; 및
- 3) 상기 용매에 분산된 이산화티타늄에 유기실란 화합물, 암모니아 및 물을

첨가하고, 20~30℃에서 30분~3시간 동안 소니케이팅 처리한 후, 20~30℃에서 3~4일 동안 반응시키는 반응단계.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 1) 단계의 건조단계에서 이산화티타늄을 130~170℃에서 10~15시간 동안 건조시키는 이산화티타늄의 표면 개질 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 2) 단계의 분산단계에서, 상기 이산화티타늄의 함량은 분산액 전체 중량을 기준으로 2~20중량%인 이산화티타늄의 표면 개질 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 2) 단계의 분산단계에서, 상기 용매는 에탄올, 메탄올, 프로판올, 부탄올, 이소프로판올, 에틸렌글리콜, 1-메톡시-2-프로판올, N,N-디메틸아세트아미드, 에틸아세테이트, 1-메틸-2-피롤리디논, 디메틸포름아미드, 디에틸렌글리콜디메틸에테르 및 메톡시에탄올로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상인 이산화티타늄의 표면 개질 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 3) 단계의 반응단계에서, 상기 이산화티타늄 100중량부에 대하여 유기실란 화합물 50~80중량부, 암모니아 40~80중량부 및 물 100~200중량부를 사용하는 이산화티타늄의 표면 개질 방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 유기실란 화합물은 3-(트리메톡시실릴)프로필메타크릴레이트, [2-(3-사이클로헥세닐)에틸]트리메톡시실란,

트리메톡시(7-옥텐-1-일)실란, 아이소옥틸 트리메톡시-실란, N-(3-트리에톡시실릴프로필) 메톡시에톡시에톡시에틸 카르바메이트, N-(3-트리에톡시실릴프로필) 메톡시에톡시에톡시에틸 카르바메이트, 3-(메타크릴로일옥시)프로필트리메톡시실란, 알릴트리메톡시실란, 3-아크릴옥시프로필트리메톡시실란, 3-(메타크릴로일옥시)프로필트리에톡시실란, 3-(메타크릴로일옥시)프로필메틸다이메톡시실란, 3-아크릴로일옥시프로필)메틸다이메톡시실란, 3-(메타크릴로일옥시)프로필다이메틸에톡시실란, 3-(메타크릴로일옥시)프로필다이메틸에톡시실란, 비닐다이메틸에톡시실란, 페닐트리메톡시실란, n-옥틸트리메톡시실란, 도데실트리메톡시실란, 옥타데실트리메톡시실란, 프로필트리메톡시실란, 헥실트리메톡시실란, 비닐메틸다이아세톡시실란, 비닐메틸다이에톡시실란, 비닐트리아세톡시실란, 비닐트리에톡시실란, 비닐트리아소프로폭시실란, 비닐트리메톡시실란, 비닐트리페녹시실란, 비닐트리-t-부톡시실란, 비닐트리스-이소부톡시실란, 비닐트리아소프로페녹시실란, 비닐트리스(2-메톡시에톡시)실란, 스티릴에틸트리메톡시실란, 메르캅토프로필트리메톡시실란 및 3-글리시독시프로필트리메톡시실란으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상인 이산화티타늄의 표면 개질 방법.

청구항 7

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 이산화티타늄의 표면 개질 방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 이산화티타늄을 건조시키고, 상기 건조된 이산화티타늄을 용매에 분산시킨 후, 상기 용매에 분산된 이산화티타늄에 유기실란 화합물, 암모니아 및 물을 첨가하여 반응시킴으로써 균일한 입자 크기 및 형상을 갖는 이산화티타늄의 표면 개질 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 현재 공업적으로 제조되고 있는 이산화티타늄의 양은 세계적으로 연간 약 300만톤이다. 생산되는 이산화티타늄은 여러 용도로 쓰이지만, 주로 백색 도료로서의 용도로 쓰이고 있다. 공업적으로 이산화티타늄을 제조하는 방법에는 크게 황산법, 염소법 및 졸-겔법(sol-gel process)이 있다.

[0003] 한국공개특허 제10-2015-0045506호에는 황산법을 이용한 산화티타늄 유도체의 제조방법이 기재되어 있다. 그러나, 이산화티타늄 분말을 가수분해 후에 수화물의 하소/분쇄과정 등의 많은 공정을 거쳐야 하므로, 그 과정에서 많은 불순물들의 혼입으로 인해 최종 제품의 품질이 크게 저하되는 문제점이 있다.

[0004] 이와 달리, 염소법은, 일메나이트에 염소가스를 반응시켜 사염화티타늄(TiCl₄)를 생성하고, 이를 다시 산소가스와 반응시킴으로써 아나타제상의 이산화티타늄(TiO₂)을 제조하는 방법이다. 하지만, 이 방법은 반응 중에 위험성이 높은 부식성가스(HCl, Cl₂)가 발생되어, 이에 대한 보호설비가 요구되며, 원료가 풍부하지 못해, 생산단가가 높다는 문제점이 있다.

[0005] 또한, 한국공개특허 제10-2012-0088358호에는 졸겔법을 이용한 이산화티타늄을 이산화규소, 산화티타늄 중 어느 하나의 다공성 무기 산화물로 입자표면을 코팅처리하는 방법이 기재되어 있는데, 졸-겔법은 고순도 이산화티타늄을 제조할 수 있고, 공정상 물성제어가 용이하다는 장점이 있으나, 출발물질이 고가이며, 그 독성과 안정성이 문제된다.

[0006] 이와 같이, 종래의 이산화티타늄(TiO₂)의 제조공정은 복잡하면서 큰 비용이 소모되거나, 취급물질과 공정이 위험하다는 문제가 있다. 따라서, 당 기술분야에서는 우수한 광활성도와 광효율을 갖는 이산화티타늄 분말을 보다 간소한 공정을 통해 제조할 수 있는 방법이 요구되어 왔다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) [특허문헌 1] 한국공개특허 제10-2015-0045506호

(특허문헌 0002) [특허문헌 2] 한국공개특허 제10-2012-0088358호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 이산화티타늄을 건조시키고, 상기 건조된 이산화티타늄을 용매에 분산시킨 후, 상기 용매에 분산된 이산화티타늄에 유기실란 화합물, 암모니아 및 물을 첨가하여 반응시킴으로써 균일한 입자 크기 및 형상을 갖는 이산화티타늄의 표면 개질 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0009] 상기의 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 이산화티타늄의 표면 개질 방법은,
- [0010] 1) 이산화티타늄을 건조시키는 건조단계;
- [0011] 2) 상기 건조된 이산화티타늄을 용매에 분산시키는 분산단계; 및
- [0012] 3) 상기 용매에 분산된 이산화티타늄에 유기실란 화합물, 암모니아 및 물을 첨가하여 반응시키는 반응 단계를 포함할 수 있다.
- [0013] 상기 1) 단계의 건조단계에서 이산화티타늄을 130~170℃에서 10~15시간 동안 건조시킬 수 있다.
- [0014] 상기 2) 단계의 분산단계에서, 상기 이산화티타늄의 함량은 분산액 전체 중량을 기준으로 2~20중량%일 수 있다.
- [0015] 상기 2) 단계의 분산단계에서, 상기 용매는 에탄올, 메탄올, 프로판올, 부탄올, 이소프로판올, 에틸렌글리콜, 1-메톡시-2-프로판올, N,N-디메틸아세트아미드, 에틸아세테이트, 1-메틸-2-피롤리디논, 디메틸포름아미드, 디에틸렌글리콜디메틸에테르 및 메톡시에탄올로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있다.
- [0016] 상기 3) 단계의 반응단계에서, 상기 이산화티타늄 100중량부에 대하여 유기실란 화합물 50~80중량부, 암모니아 40~80중량부 및 물 100~200중량부를 사용할 수 있다.
- [0017] 상기 3) 단계의 반응단계에서, 상기 유기실란 화합물은 3-(트리메톡시실릴)프로필메타크릴레이트, [2-(3-사이클로헥세닐)에틸]트리메톡시실란, 트리메톡시(7-옥텐-1-일)실란, 아이소옥틸 트리메톡시-실란, N-(3-트리에톡시실릴프로필) 메톡시에톡시에톡시에틸 카르바메이트, N-(3-트리에톡시실릴프로필) 메톡시에톡시에톡시에틸 카르바메이트, 3-(메타크릴로일옥시)프로필트리메톡시실란, 알릴트리메톡시실란, 3-아크릴옥시프로필트리메톡시실란, 3-(메타크릴로일옥시)프로필트리메톡시실란, 3-(메타크릴로일옥시)프로필메틸다이메톡시실란, 3-아크릴로일옥시프로필)메틸다이메톡시실란, 3-(메타크릴로일옥시)프로필다이메틸에톡시실란, 3-(메타크릴로일옥시)프로필다이메틸에톡시실란, 비닐다이메틸에톡시실란, 페닐트리메톡시실란, n-옥틸트리메톡시실란, 도데실트리메톡시실란, 옥타데실트리메톡시실란, 프로필트리메톡시실란, 헥실트리메톡시실란, 비닐메틸다이아세톡시실란, 비닐메틸다이에톡시실란, 비닐트리아세톡시실란, 비닐트리에톡시실란, 비닐트리아소프로폭시실란, 비닐트리메톡시실란, 비닐트리페녹시실란, 비닐트리-t-부톡시실란, 비닐트리스-이소부톡시실란, 비닐트리아소프로페녹시실란, 비닐트리스(2-메톡시에톡시)실란, 스티릴에틸트리메톡시실란, 메르캅토프로필트리메톡시실란 및 3-글리시독시프로필트리메톡시실란으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있다.
- [0018] 상기 3) 단계의 반응단계에서, 상기 반응은 20~30℃에서 30분~3시간 동안 소니케이팅 처리한 후, 20~30℃에서 3~4일 동안 수행될 수 있다.

발명의 효과

[0019] 본 발명에 의하면, 공정이 간단하면서도 독성이 없고 비용이 많이 소요되지 않도록 이산화티타늄의 표면을 개질하면서도 이산화티타늄의 균일한 입자 크기 및 형상을 가질 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0020] 도 1은 실시예 1의 표면 개질된 이산화티타늄의 FT-IR(왼쪽) 및 SEM 이미지(오른쪽)이다.

도 2는 실시예 2의 표면 개질된 이산화티타늄의 SEM 이미지이다.

도 2은 실시예 2의 표면 개질된 이산화티타늄의 SEM 이미지이다.

도 3는 실시예 3의 표면 개질된 이산화티타늄의 SEM 이미지이다.

도 4는 비교예 1의 표면 개질된 이산화티타늄의 FT-IR(왼쪽) 및 SEM 이미지(오른쪽)이다.

도 5은 비교예 2의 표면 개질된 이산화티타늄의 FT-IR(왼쪽) 및 SEM 이미지(오른쪽)이다.

도 6은 비교예 3의 표면 개질된 이산화티타늄의 FT-IR(왼쪽) 및 SEM 이미지(오른쪽)이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0021] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 상세하게 후술되어 있는 구체예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나 본 발명은 이하에서 개시되는 구체예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 수 있으며, 단지 본 구체예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하고, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다.
- [0022] 다른 정의가 없다면, 본 명세서에서 사용되는 모든 용어(기술 및 과학적 용어를 포함)는 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 공통적으로 이해될 수 있는 의미로 사용될 수 있을 것이다. 또한, 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 용어들은 명백하게 특별히 정의되어 있지 않은 한 이상적으로 또는 과도하게 해석되지 않는다.
- [0023] 이하, 본 발명에 따른 이산화티타늄의 표면 개질 방법에 대하여 상세히 설명한다.
- [0024] 본 발명에 따른 이산화티타늄의 표면 개질 방법은,
- [0025] 1) 이산화티타늄을 건조시키는 건조단계;
- [0026] 2) 상기 건조된 이산화티타늄을 용매에 분산시키는 분산단계; 및
- [0027] 3) 상기 용매에 분산된 이산화티타늄에 유기실란 화합물, 암모니아 및 물을 첨가하여 반응시키는 반응 단계를 포함할 수 있다.
- [0028] 상기 1) 단계의 건조단계에서, 상기 이산화티타늄을 130~170℃에서 10~15시간 동안 건조시킬 수 있는데, 상기 범위를 벗어나면 이산화티타늄이 제대로 건조되지 않아, 분산단계에서 이산화티타늄이 응집되어 분산이 제대로 이루어지지 않을 수 있어 바람직하지 않다.
- [0029] 상기 2) 단계의 분산단계에서, 상기 이산화티타늄의 함량은 분산액 전체 중량을 기준으로 2~20중량%인 것이 바람직하고, 3~10중량%인 것이 더욱 바람직한데, 2중량% 미만이면 너무 소량이어서 표면 개질 반응이 제대로 이루어질 수 없어 바람직하지 않고, 20중량%을 초과하면 용매에 비해 이산화티타늄의 함량이 너무 많아 분산이 제대로 이루어지지 않을 수 있어 바람직하지 않다.
- [0030] 상기 2) 단계의 분산단계에서, 상기 용매는 에탄올, 메탄올, 프로판올, 부탄올, 이소프로판올, 에틸렌글리콜, 1-메톡시-2-프로판올, N,N-디메틸아세트아미드, 에틸아세테이트, 1-메틸-2-피롤리디논, 디메틸포름아미드, 디에틸렌글리콜디메틸에테르 및 메톡시에탄올로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있으며, 바람직하게는 에탄올이다.
- [0031] 상기 3) 단계의 반응단계에서, 상기 이산화티타늄 100중량부에 대하여 유기실란 화합물 50~80중량부, 암모니아 40~80중량부 및 물 100~200중량부인 것이 바람직한데, 상기 범위를 벗어나면 표면 개질 반응이 제대로 이루어지지 않거나, 미반응물이 발생할 수 있어 바람직하지 않다.
- [0032] 상기 3) 단계의 반응단계에서, 상기 유기실란 화합물은 3-(트리메톡시실릴)프로필메타크릴레이트, [2-(3-사이클로헥세닐)에틸]트리메톡시실란, 트리메톡시(7-옥텐-1-일)실란, 아이소옥틸 트리메톡시-실란, N-(3-트리에톡시실릴프로필) 메톡시에톡시에톡시에틸 카르바메이트, N-(3-트리에톡시실릴프로필) 메톡시에톡시에톡시에틸 카르바메이트, 3-(메타크릴로일옥시)프로필트리메톡시실란, 알릴트리메톡시실란, 3-아크릴옥시프로필트리메톡시실란, 3-(메타크릴로일옥시)프로필트리메톡시실란, 3-(메타크릴로일옥시)프로필메틸다이메톡시실란, 3-아크릴로일옥시프로필메틸다이메톡시실란, 3-(메타크릴로일옥시)프로필다이메틸에톡시실란, 3-(메타크릴로일옥시)프로필다이메틸에톡시실란, 비닐다이메틸에톡시실란, 페닐트리메톡시실란, n-옥틸트리메톡시실란, 도데실트리메톡시실란,

옥타데실트리메톡시실란, 프로필트리메톡시실란, 헥실트리메톡시실란, 비닐메틸다이아세톡시실란, 비닐메틸다이 에톡시실란, 비닐트리아세톡시실란, 비닐트리에톡시실란, 비닐트리아소프로폭시실란, 비닐트리메톡시실란, 비닐 트리페녹시실란, 비닐트리-t-부톡시실란, 비닐트리스-이소부톡시실란, 비닐트리아소프로페녹시실란, 비닐트리스 (2-메톡시에톡시)실란, 스티릴에틸트리메톡시실란, 메르캅토프로필트리메톡시실란 및 3-글리시독시프로필트리메 톡시실란으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있으며, 바람직하게는 3-(트리메톡시실릴)프로필 메타크릴레이트이다.

[0033] 본 발명에 따른 이산화티타늄의 표면 개질 방법에 있어서, 상기 3) 단계의 반응단계에서, 상기 반응은 20~30 °C에서 30분~3시간 동안 소니케이트 처리한 후, 20~30°C에서 3~4일 동안 수행되는 것이 바람직한데, 상기 범 위를 벗어나면 응집되거나 또는 불균일한 입자가 발생할 수 있어 바람직하지 않다.

[0034] 이하에서는, 본 발명의 이산화티타늄의 표면 개질 방법의 우수성을 입증하기 위해 실시한 실시예 및 실험결과를 통하여 본 발명을 상세하게 설명한다. 그러나, 하기 실시예는 예시를 위한 것으로, 본 발명이 하기 실시예에 한 정되는 것은 아니다.

[0035] **[실시예 및 비교예]**

[0036] **[실시예 1] 표면 개질된 이산화티타늄의 제조**

[0037] 나노 이산화티타늄(10g)을 150°C에서 12시간 동안 건조시켰다. 건조된 이산화티타늄을 에탄올(250ml)에 분산시 킨 후, 여기에 물(16g), 암모니아수(25중량%, 6.8g), 및 3-(트리메톡시실릴)프로필메타크릴레이트(6.2g)를 넣고, 실온(약 25°C)에서 1시간 동안 소니케이트 하였다. 1시간이 지나면 실온(약 25°C)에서 500rpm으로 3~4일 동안 반응을 진행시킨 후, 실란 화합물로 개질된 이산화티타늄을 얻었으며, 원심분리를 이용하여 개질된 이산화 티타늄을 분리하고, 이어서 에탄올로 수회 씻어 남아있는 암모니아 및 실란 등을 제거하였으며, 그런 다음, 진 공 오븐에서 하루 동안 건조시켜 개질된 이산화티타늄 입자들을 수득하였다.

[0038] 이렇게 하여 얻은 표면 개질된 이산화티타늄은 FT-IR 및 SEM을 통해 분석하였고, 이를 도 1에 나타내었다.

[0039] 도 1의 FT-IR의 결과를 살펴보면, 3-(트리메톡시실릴)프로필메타크릴레이트에서 1723cm⁻¹로 나타났던 C=O 피크가 표면 개질되면서 1707cm⁻¹로 쉬프트되는 것을 확인할 수 있었다. 이를 통해 이산화티타늄의 표면 개질이 제대로 이루어졌음을 확인할 수 있다. 또한, 도 1의 SEM 이미지를 살펴보면, 평균 가로 20nm, 세로 50nm의 쌀알 형태의 균일한 입자가 생성됨을 알 수 있으며, 이는 개질되면서 평균 입자 크기가 전반적으로 증가한 것을 확인할 수 있었다.

[0040] **[실시예 2]**

[0041] 1시간 동안 소니케이트 한 대신에 2시간 동안 소니케이트 한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 표면 개질된 이산화티타늄을 수득하였으며, 이렇게 하여 얻어진 이산화티타늄의 SEM 이미지를 도 2에 나타내었고, 균일한 입 자들이 형성되었음을 확인할 수 있다.

[0042] **[실시예 3]**

[0043] 소니케이트 대신 울트라소니케이트한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 표면 개질된 이산화티타늄을 얻었으 며, 이렇게 하여 얻어진 이산화티타늄의 SEM 이미지를 도 3에 나타내었으며, 균일한 입자들이 형성되었음을 확 인할 수 있다.

[0044] **[비교예 1] 실란 화합물의 농도에 따른 표면 개질 반응**

[0045] 3-(트리메톡시실릴)프로필메타크릴레이트를 6.2g 사용하는 대신에 12.4g을 사용하는 것을 제외하고는 실시예 1 과 동일하게 개질된 이산화티타늄을 제조하였다.

[0046] 이렇게 하여 얻은 표면 개질된 이산화티타늄은 FT-IR 및 SEM을 통해 분석하였고, 이를 도 4에 나타내었다.

[0047] 도 4의 FT-IR의 결과를 살펴보면, 3-(트리메톡시실릴)프로필메타크릴레이트에서 C=O 피크가 1720cm⁻¹에서 1707cm⁻¹로 쉬프트함으로써 표면이 개질되었음을 알 수 있으며, 실시예 1보다 과량인 2배의 3-(트리메톡시실릴) 프로필메타크릴레이트를 사용했음에도 불구하고, 개질된 정도는 실시예 1의 개질 결과와 거의 차이가 나지 않았 다. 그러나, 도 4의 SEM 이미지를 살펴보면, 입자의 사이즈가 2배 이상 증가하는 것을 확인할 수 있었는데, 이는 분산이 완전히 되기 전, 즉 다수의 이산화티타늄이 응집된 상태에서 표면 개질이 일어났기 때문이다.

[0048] [비교예 2] 온도에 따른 표면 개질 반응

[0049] 25℃ 대신에 70℃에서 1시간 동안 소니케이팅한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 개질된 이산화티타늄을 제조하였다.

[0050] 이렇게 하여 얻은 표면 개질된 이산화티타늄은 FT-IR 및 SEM을 통해 분석하였고, 이를 도 5에 나타내었다.

[0051] 도 5의 FT-IR의 결과를 살펴보면, 3-(트리메톡시실릴)프로필메타크릴레이트에서 C=O 피크가 1720cm⁻¹에서 1707cm⁻¹로 쉬프트함으로써 표면이 개질되었으나, 강도(intensity)가 더 작아졌음을 알 수 있다.

[0052] 도 5의 SEM 이미지를 살펴보면, 실시예 1과 입자의 크기는 유사하게 나타났으나, 전반적으로 불규칙한 형태와 크기를 갖는 입자가 나타남을 알 수 있다. 이는 70℃로 온도를 높여 반응시킴으로써, 반응 진행 속도를 증가시켜 완전히 분산되기 전에 표면 개질이 진행되어 불균일한 형태의 입자가 생성되었음을 알 수 있다.

[0053] [비교예 3] 마이크로웨이브를 이용한 표면 개질 반응

[0054] 이산화티타늄의 개질 반응시, 소니케이션 대신 마이크로웨이브를 이용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 제조하였다.

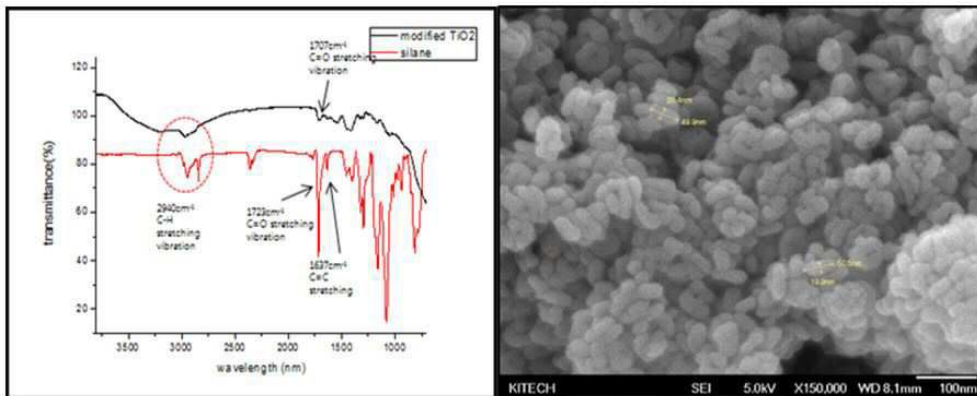
[0055] 이렇게 하여 얻은 표면 개질된 이산화티타늄은 FT-IR 및 SEM을 통해 분석하였고, 이를 도 6에 나타내었다.

[0056] 도 6의 FT-IR의 결과를 살펴보면, 소니케이션 대신 마이크로웨이브를 이용하여도 개질 반응이 진행됨을 확인할 수 있었다. 그러나, 도 6의 FT-IR의 그래프의 원으로 표시한 부분을 살펴보면 소니케이션으로 반응할 때와 상이하게 나타나는 부분이 존재함을 알 수 있는데, 이는 마이크로웨이브로 개질 반응 시, 온도가 크게 상승하여 용매가 증발하여 나타나는 피크이다.

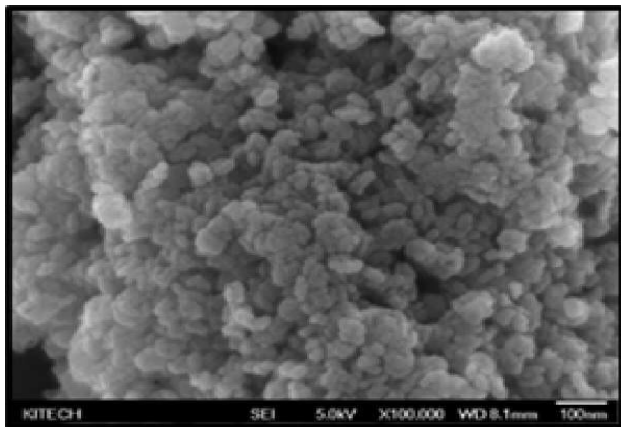
[0057] 또한, 도 6의 SEM 이미지를 참조하면 입자가 균일하게 형성되지 못하고, 마이크로웨이브 반응 중 급격한 온도의 상승으로 인해 에탄올 증발로 부분적으로 입자가 응집되었음을 확인할 수 있다.

도면

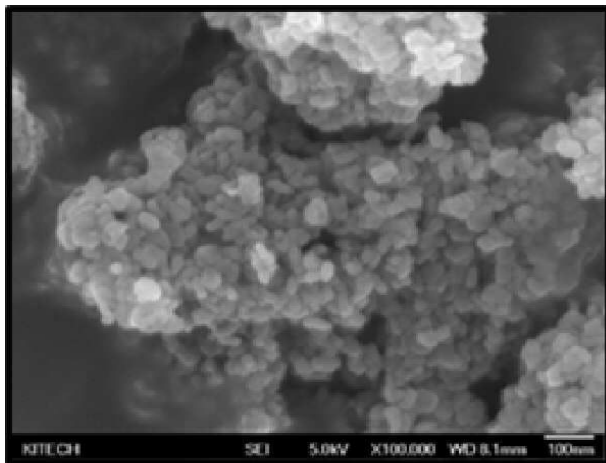
도면1



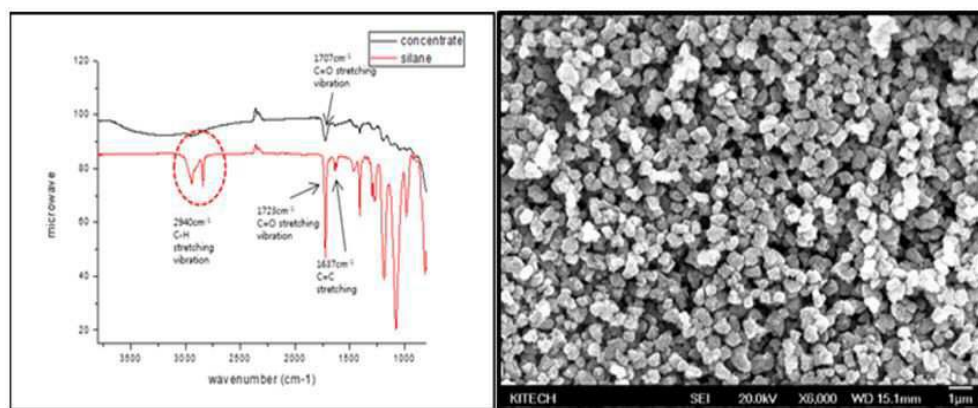
도면2



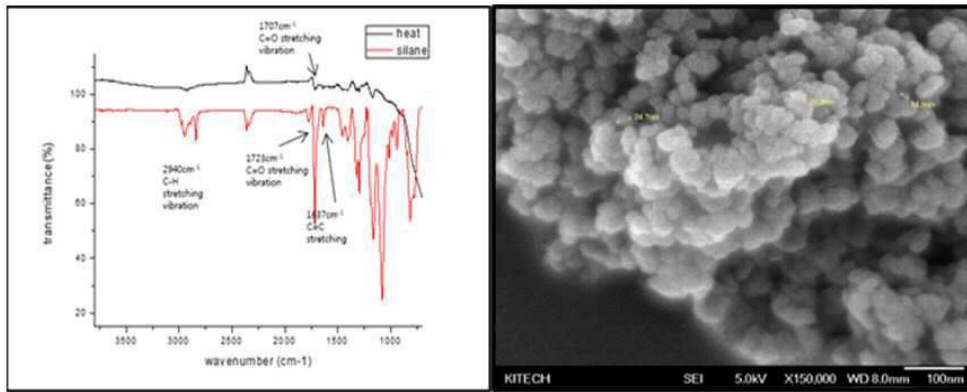
도면3



도면4



도면5



도면6

