

# BK 단기연수 결과보고서

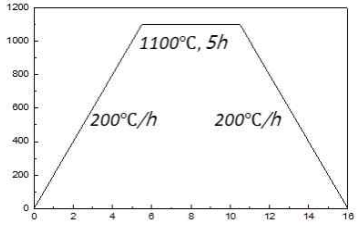
연수기간	2022년 1월 5일 ~ 2022년 1월 19일
연수기관	Universite-paris-saclay
연구주제	TiO <sub>2n-1</sub> feedrods for TiO <sub>x</sub> single crystals

## 1. 연수활동 내용

연수목적	구체적인 저의 연수 목적은 Ti <sub>4</sub> O <sub>7</sub> , Ti <sub>5</sub> O <sub>9</sub> , Ti <sub>6</sub> O <sub>11</sub> 을 단일상으로 합성할 수 있는 조건을 확인하는 것입니다. 이는 추후에 TiO <sub>x</sub> single crystal을 만드는데 필요하기 때문입니다. Pure한 TiO <sub>x</sub> 는 현재 광촉매로서 성능이 보고되었습니다. 또한 single crystal에 또 다른 물질을 도핑하여 응용이 가능하다는 장점을 지니고 있습니다. 예를 들어 N 물질을 도핑한 TiO <sub>x</sub> 의 경우 의료 환경 내에서 쉽게 구현되는 상업적으로 향균 표면을 형성할 수 있다는 큰 잠재력을 지니고 있습니다.
연수내용	TiO <sub>2n-1</sub> feedrods를 합성하기 위한 조건을 확인하고 이 과정에서 XRD의 측정을 통해 합성된 물질을 확인하였습니다. 결과적으로 합성하고자 하는 Ti <sub>5</sub> O <sub>9</sub> 과 Ti <sub>6</sub> O <sub>11</sub> 의 합성 조건을 찾아내었고 이를 통해 추후 feedrod 합성 실험이 가능해지게 하였습니다.
결과 및 시사점	아래에 첨부하였습니다.
향후 연구에 대한 적용방안	순수한 TiO <sub>x</sub> 는 가장 인기 있는 광촉매로 남아있습니다. TiO <sub>x</sub> 를 합성하여 결정 구조를 확인한 후, 우리는 약간의 물질을 도핑하여 응용할 수 있는 분야가 넓습니다. 예를 들어 N 물질을 도핑한 TiO <sub>x</sub> 의 경우 의료 환경 내에서 쉽게 구현되는 상업적으로 향균 표면을 형성할 수 있다는 큰 잠재력을 지니고 있습니다.

## 2. 일자별 활동내역(구체적으로 기술 요망)

날짜	실험 내용
<b>step 1</b> 22.01.06- 22.01.07	한국에서 TiO <sub>2</sub> , Ti <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 를 통해 합성한 Ti <sub>4</sub> O <sub>7</sub> , Ti <sub>5</sub> O <sub>9</sub> , Ti <sub>6</sub> O <sub>11</sub> 의 성분 분석을 위해 X-ray diffraction을 진행하였습니다. TiO <sub>2</sub> 는 anatase와 rutile phase 2개가 존재하기 때문에 총 6개(Ti <sub>4</sub> O <sub>7</sub> anatase, Ti <sub>4</sub> O <sub>7</sub> rutile, Ti <sub>5</sub> O <sub>9</sub> anatase, Ti <sub>5</sub> O <sub>9</sub> rutile, Ti <sub>6</sub> O <sub>11</sub> anatase, Ti <sub>6</sub> O <sub>11</sub> rutile) 물질의 분석을 진행하였습니다. [합성 조건] gas를 사용하지 않은 furnace에서 24시간 동안 1100°C를 유지하였습니다. [결과] 6개의 시료가 모두 원하는 물질이 아닌 TiO <sub>2</sub> 로 확인되었습니다.
<b>step 2</b> 22.01.10- 22.01.11	합성의 조건을 변화가 필요함을 인지하고 수정하여 실험을 진행하였습니다. 1. 합성 물질의 변화 (기존 물질: TiO <sub>2</sub> + Ti <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) 1-1. $Ti + 9TiO_2 \rightarrow 2Ti_5O_9$ 1-2. $2Ti + 4Ti_2O_3 + 3O_2 \rightarrow 2Ti_5O_9$ 2. Furnace 종류와 온도의 변화 2-1. Ar gas를 활용할 수 있는 furnace

	<p>2-2. temperature condition [오른쪽 그림] [결과] 2개의 시료가 모두 TiO<sub>2</sub>로 확인되었습니다.</p>	<p>Temperature condition</p> 
<p><b>step 3</b> 22.01.12- 22.01.13</p>	<p>step 2에 진행하였던 방법을 Ar-H<sub>2</sub> furnace를 통해 진행하였습니다. gas의 조건은 Ar(95%)+H<sub>2</sub>(5%)였습니다. 안정화를 위하여 gas condition을 4-5시간 동안 유지하였고, 이 후 온도를 올렸습니다. [결과] Ti + TiO<sub>2</sub>를 사용하여 합성한 물질은 Ti<sub>5</sub>O<sub>9</sub>과 Ti<sub>6</sub>O<sub>11</sub> 물질이 섞여 생성되었고, Ti + Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub>는 육안상으로 색의 변화가 있었지만 x-ray diffraction의 결과 TiO<sub>2</sub>로 확인되었습니다. →이를 통해 Ti + TiO<sub>2</sub>, Ar-H<sub>2</sub> gas furnace를 활용하여 합성하는 것이 원하는 물질을 원하는 방법이라고 생각하였습니다.</p>	
<p><b>step 4</b> 22.01.14- 01.17</p>	<p>Step 3에 진행한 방법은 원하는 상을 얻었지만, 단일한 상이 존재하는 것이 아니기 때문에 부가적인 실험 혹은 미세한 조건의 변화가 필요하다고 생각하였습니다. 따라서 동일한 조건에서 3가지의 물질을 실험하였습니다. (1) 이미 열처리되어 합성된 Ti<sub>5</sub>O<sub>9</sub>+Ti<sub>6</sub>O<sub>11</sub> 물질 (2) <math>Ti + 9TiO_2 \rightarrow 2Ti_5O_9</math> (3) <math>Ti + 11TiO_2 \rightarrow 2Ti_6O_{11}</math> [결과] (1)의 경우 Ti<sub>6</sub>O<sub>11</sub>의 비율이 증가하였습니다. (2)의 경우 합성하는 물질의 양을 계산하는 과정에서 오차가 발생하여 실험 데이터로 사용하기에 어려울 것 같습니다. (3)의 경우 Ti<sub>6</sub>O<sub>11</sub>의 peak과 95% 일치하였습니다. →이를 통해 Ar-H<sub>2</sub> gas condition, 1100°C 5h temperature condition 등이 Ti<sub>6</sub>O<sub>11</sub>의 합성 조건임을 확인할 수 있었습니다.</p>	
<p><b>step 5</b> 22.01.18</p>	<p>온도 조건을 1050°C로 변화하여 실험을 진행하였습니다. (다른 조건은 step 4와 동일) (1) <math>Ti + 9TiO_2 \rightarrow 2Ti_5O_9</math> (2) <math>Ti + 11TiO_2 \rightarrow 2Ti_6O_{11}</math> [결과] (1)의 경우 Ti<sub>5</sub>O<sub>9</sub>의 XRD peak과 정확하게 일치한다고 볼 수 없었습니다. (2)의 경우 Ti<sub>6</sub>O<sub>11</sub>의 peak과의 정확도가 더 줄어들었습니다. →1100°C가 Ti<sub>6</sub>O<sub>11</sub>을 합성하기에 더 확실한 온도임을 확인할 수 있었습니다. Ti<sub>5</sub>O<sub>9</sub>에 대해서 조금 더 적절한 condition에 대한 연구가 진행되어야 할 것 같습니다.</p>	

위와 같이 해외연수 결과보고서를 제출합니다.

2022 년 2월 21일

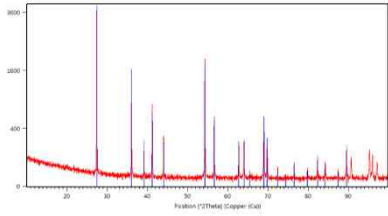
단기연수자

이하흔 ( 이하흔 )

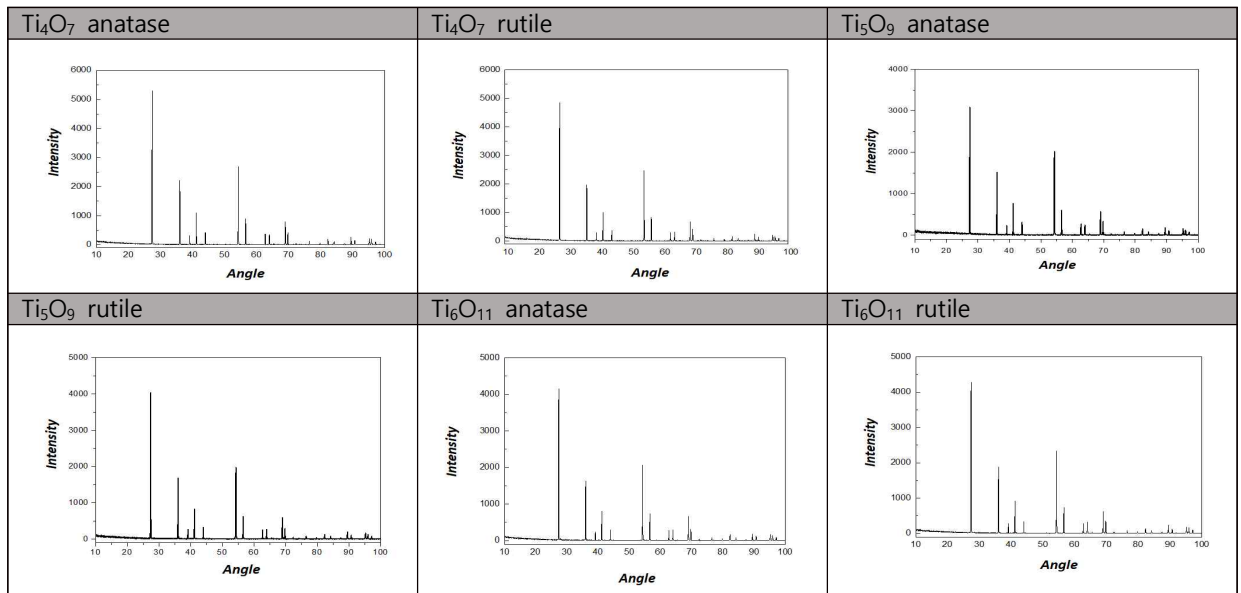
지도교수

조수연 ( 조수연 )

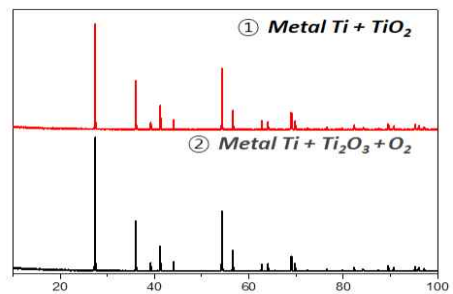
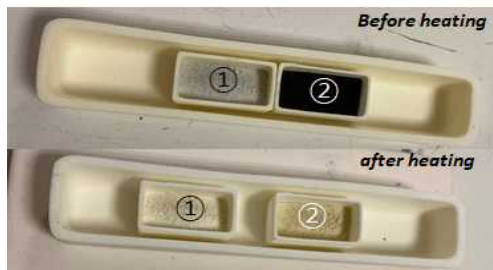
### 1. step 1의 결과



→ 6개의 sample을 모두  $\text{TiO}_2$  XRD peak과 비교하여 보면 일치함을 알 수 있었습니다. 기존의 방법과는 다른 새로운 합성 방법을 연구해야 했습니다.

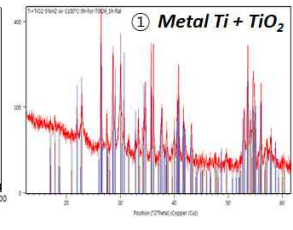
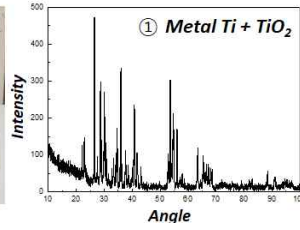


### 2. step 2의 결과 [Ar gas furnace]



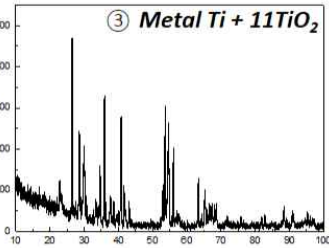
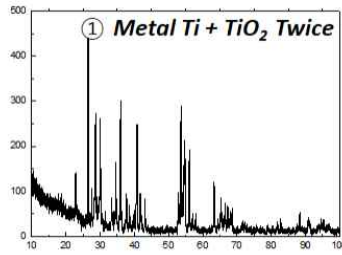
기존에  $\text{Ti}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$  를 사용하여 합성한 방법과 다르게 Metal Ti와 각각  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Ti}_2\text{O}_3$  를 합성하는 방법을 선택하여 합성하였습니다. 반응 후 육안으로 보이는 색에 변화가 있었지만 XRD를 통해 두 방법 모두  $\text{TiO}_2$ 가 합성되었음을 확인할 수 있었습니다.

### 3. step 3의 결과 [Ar-H2 furnace]



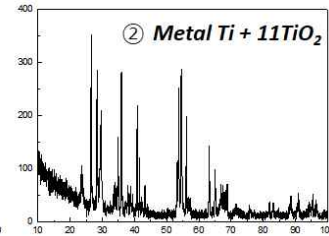
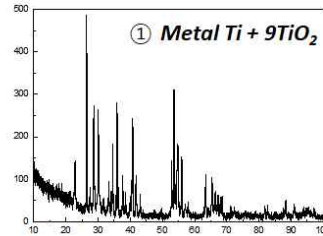
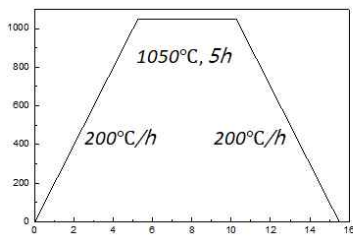
① Metal Ti + TiO<sub>2</sub>를 Ar-H<sub>2</sub> furnace에서 반응시킨 결과는 위의 그래프와 같이 Ti<sub>5</sub>O<sub>9</sub>과 Ti<sub>6</sub>O<sub>11</sub> 상이 섞여 있는 것으로 확인되었습니다. 연구의 목적인 단일 상이 확인되지는 않았지만, 저희가 합성하고자 하는 두 물질이 확인되었기 때문에 Ar-H<sub>2</sub> furnace에서 반응시키는 것이 저희 연구가 나아가야 할 방향이라고 생각하였습니다.

#### 4. step 4의 결과



① Metal Ti + TiO<sub>2</sub>를 Ar-H<sub>2</sub> furnace에서 두차례 반응시킨 결과는 Ti<sub>6</sub>O<sub>11</sub>의 비율은 커지고 Ti<sub>5</sub>O<sub>9</sub>의 비율은 작아지게 되었습니다. 또한 반응물의 질량비를 Ti + 11TiO<sub>2</sub> → 2Ti<sub>6</sub>O<sub>11</sub>로 계산하여 반응하였더니 Ti<sub>6</sub>O<sub>11</sub>의 XRD peak과 95% 일치하였습니다.

#### 5. step 5의 결과



반응 온도를 1050°C로 변경시켰을 때의 변화를 살펴보면, Ti+9TiO<sub>2</sub>→2Ti<sub>5</sub>O<sub>9</sub>의 질량비로 반응시킨 물질의 경우 Ti<sub>5</sub>O<sub>9</sub>의 단상을 확인할 수 없었습니다. Ti<sub>5</sub>O<sub>9</sub>의 경우 온도 변화를 주는 추가적인 실험이 필요합니다. 또한 위 온도로 Ti+11TiO<sub>2</sub>→2Ti<sub>5</sub>O<sub>9</sub>의 질량비로 반응시킨 물질의 경우 1100°C보다 Ti<sub>6</sub>O<sub>11</sub>의 XRD peak과의 정확도가 떨어지는 것을 확인할 수 있습니다. 따라서 Ti<sub>6</sub>O<sub>11</sub>의 합성 조건은 1100°C 혹은 더 높은 온도일 가능성이 높다는 것을 확인할 수 있었습니다.