

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2017-0043865 (43) 공개일자 2017년04월24일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) <i>C01B 31/04</i> (2006.01) <i>C01G 23/047</i> (2006.01) (52) CPC특허분류 <i>C01B 31/043</i> (2013.01) <i>C01G 23/047</i> (2013.01) (21) 출원번호 10-2015-0143479 (22) 출원일자 2015년10월14일 심사청구일자 2015년10월14일		(71) 출원인 인하대학교 산학협력단 인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동) (72) 발명자 박수진 서울특별시 강남구 역삼로 315-1 (역삼동, 개나리SK뷰) 503-2103 김태웅 경기도 고양시 덕양구 소만로 48 (행신동, 소만마을9단지 아파트) 소만마을 904동 205호 (74) 대리인 이은철

전체 청구항 수 : 총 6 항

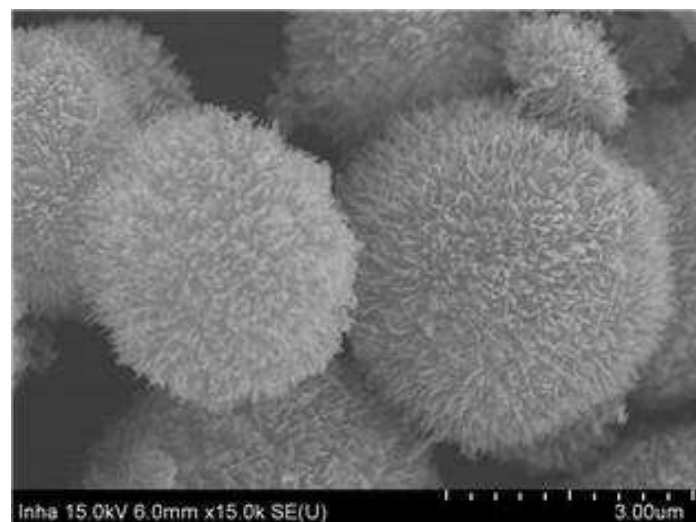
(54) 발명의 명칭 **꽃모양 구형 TiO₂-환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 제조방법**

(57) 요약

본 발명은 폐수처리 분야에서 난분해성 유기물 처리 등에 사용될 수 있는 꽃모양 구형 TiO₂와 환원된 그래핀 옥사이드의 복합체의 제조방법을 통해 새로운 폐수처리용 복합체를 제공하기 위한 것으로, (1) 그라파이트의 산화반응으로 박리된 그래핀 옥사이드를 제조하는 단계; (2) TBT(tetrabutyl titanate)와 아세트산을 용매열합성하여 꽃모양 구형 TiO₂를 제조하는 단계; (3) 상기 (1)단계에서 제조된 그래핀 옥사이드와 상기 (2) 단계에서 제조된 꽃모양 구형 TiO₂를 수열합성하는 단계; 및 (4) 상기 (3)단계에서 수열합성된 시료를 건조하는 단계를 포함한다.

상기와 같은 본 발명에 따르면, 꽃모양 구형 TiO₂의 높은 광 흡수량, 우수한 기공구조와 환원된 그래핀 옥사이드의 새로운 에너지 준위 도입으로 인하여 광활성이 대폭 향상된 복합체를 제조할 수 있는 효과가 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류
C01P 2004/32 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

- (1) 그래파이트의 산화반응으로 박리된 그래핀 옥사이드를 제조하는 단계;
- (2) TBT(tetrabutyl titanate)와 아세트산을 용매열합성하여 꽃모양 구형 TiO_2 를 제조하는 단계;
- (3) 상기 (1)단계에서 제조된 그래핀 옥사이드와 상기 (2) 단계에서 제조된 꽃모양 구형 TiO_2 를 수열합성하는 단계; 및
- (4) 상기 (3)단계에서 수열합성된 시료를 건조하는 단계
- 를 포함하는 것을 특징으로 하는 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 제조방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 (1)단계에서 산화반응은 황산과 인산의 혼합용액에서 수행하며, 상기 황산과 인산은 1:9~10:0의 부피비인 것을 특징으로 하는 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 제조방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 (2)단계에서 용매열합성은 120 내지 300℃에서 4 내지 24시간 동안 수행하는 것을 특징으로 하는 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 제조방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 (2)단계는 용매열합성을 통해 제조된 꽃모양 구형 TiO_2 를 300 내지 900℃에서 1 내지 6시간 동안 소성시키는 것을 특징으로 하는 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 제조방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 (3)단계에서 그래핀 옥사이드의 함량은 꽃모양 구형 TiO_2 100 중량부 대비 0.1 내지 30 중량부인 것을 특징으로 하는 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 제조방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 (3)단계는 120 내지 300℃에서 1 내지 24시간동안 수열합성을 수행하는 것을 특징으로 하는 꽃모양 구형

TiO₂-환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 폐수처리 분야에서 난분해성 유기물 처리 등에 사용될 수 있는 꽃모양 구형 TiO₂와 환원된 그래핀 옥사이드의 복합체의 제조방법을 통해 새로운 폐수처리용 복합체를 제공하기 위한 것이다.

배경 기술

[0002] 최근 과학과 산업의 급속한 성장, 환경오염, 인구의 증가로 인해 수자원의 오염과 고갈 문제가 대두되고 있다. 이러한 수자원 오염은 이미 자연적인 순환으로는 해결할 수 없는 상황이기 때문에 친환경적이며 실용적인 폐수처리 연구가 시급한 상황이다. 한편, 폐수처리 기술로는 전기분해, 흡착, 흡수, 광촉매의 산화 환원 반응 등의 방법이 있으며, 특히 광촉매를 이용한 폐수처리 기술은 친환경적이며 훌륭한 재생성을 가지고 있다는 장점이 있다. 특히 TiO₂는 친환경, 경제적이며 화학적, 생물학적, 열역학적으로 매우 안정하기 때문에 주목 받고 있다. 그러나 TiO₂는 자외선 영역에 해당하는 짧은 파장대의 빛만 흡수할 수 있기 때문에 태양광에너지의 큰 범위를 차지하고 있는 가시광선 영역을 흡수하지 못한다는 단점이 있으며, 상업적으로 개발된 TiO₂는 회수가 용이하지 않고, 지속적으로 전자-정공 쌍의 재결합을 방지하기 위한 수단이 필요하다는 단점이 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0003] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허공보 제10-2013-0016022호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0004] 본 발명의 목적은, 꽃모양 구형 TiO₂와 그래핀 옥사이드를 수열합성 함으로써, 매우 우수한 유기물 분해효율을 가지는 폐수처리용 복합체를 제공함에 있다.

과제의 해결 수단

[0005] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명의 일 측면에 따른 꽃모양 구형 TiO₂-환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 제조방법은 (1) 그라파이트의 산화반응으로 박리된 그래핀 옥사이드를 제조하는 단계; (2) TBT(tetrabutyl titanate)와 아세트산을 용매열합성하여 꽃모양 구형 TiO₂를 제조하는 단계; (3) 상기 (1)단계에서 제조된 그래핀 옥사이드와 상기 (2) 단계에서 제조된 꽃모양 구형 TiO₂를 수열합성하는 단계; 및 (4) 상기 (3)단계에서 수열합성된 시료를 건조하는 단계를 제공한다.

[0006] 상기 (1)단계에서 산화반응은 황산과 인산의 혼합용액에서 수행하며, 상기 황산과 인산은 1:9~10:0의 부피비일 수 있다.

[0007] 상기 (2)단계에서 용매열합성은 120 내지 300℃에서 4 내지 24시간 동안 수행할 수 있다.

[0008] 상기 (2)단계는 용매열합성을 통해 제조된 꽃모양 구형 TiO₂를 300 내지 900℃에서 1 내지 6시간 동안 소성시킬 수 있다.

[0009] 상기 (3)단계에서 그래핀 옥사이드의 함량은 꽃모양 구형 TiO₂ 100중량부 대비 0.1 내지 30 중량부일 수 있다.

[0010] 상기 (3)단계는 120 내지 300℃에서 1 내지 24시간동안 수열합성을 수행할 수 있다.

발명의 효과

- [0011] 상기와 같은 본 발명에 따르면, 그래파이트의 산화반응으로 박리된 그래핀 옥사이드와 용매열합성으로 제조된 꽃모양 구형 TiO_2 를 수열합성 함으로써, 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체를 제조할 수 있는 효과가 있다.
- [0012] 또한, 상기와 같은 본 발명에 따르면, 꽃모양 구형 TiO_2 의 높은 광 흡수량, 우수한 기공구조와 환원된 그래핀 옥사이드의 새로운 에너지 준위 도입으로 인하여 광활성이 대폭 향상된 복합체를 제조할 수 있으며, 제조된 복합체는 낮은 Band gap, 낮은 전자-정공쌍 재결합률 및 가시광선 영역에서도 발현되는 광촉매 특성으로 인해 고도정수처리용 소재, 반도체, 태양전지 등 여러 분야에서 응용할 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

- [0013] 도 1은 본 발명의 일 형태에 따른 제조방법에 의하여 제조된 꽃모양 구형 TiO_2 와 환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 SEM 사진이다.
- 도 2는 본 발명의 일 형태에 따른 제조방법에 의하여 제조된 꽃모양 구형 TiO_2 와 환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 TEM 사진이다.
- 도 3은 본 발명의 일 형태에 따른 제조방법에 의하여 제조된 꽃모양 구형 TiO_2 와 환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 가시광선 조사시간에 따른 로다민 비(rhodamine B) 분해 곡선을 도시한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0014] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.
- [0015] 본 발명의 일 형태에 따른 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 제조방법은 (1) 그래파이트의 산화반응으로 박리된 그래핀 옥사이드를 제조하는 단계; (2) TBT(tetrabutyl titanate)와 아세트산을 용매열합성하여 꽃모양 구형 TiO_2 를 제조하는 단계; (3) 상기 (1)단계에서 제조된 그래핀 옥사이드와 상기 (2) 단계에서 제조된 꽃모양 구형 TiO_2 를 수열합성하는 단계; 및 (4) 상기 (3)단계에서 수열합성된 시료를 건조하는 단계를 포함한다.
- [0016] 상기 (1)단계에서 산화반응은 황산과 인산의 혼합용액에서 과망간산칼륨을 첨가하여 수행할 수 있다. 상기 황산과 인산은 1:9~10:1의 부피비로 혼합될 수 있으며, 보다 바람직하게는 황산과 인산의 혼합비율은 5:5~9.5:0.5일 수 있다. 한편, 상기 황산의 부피비가 1 미만일 경우 산화 반응이 미미하며 반대로 9.5 초과할 경우 흑연의 구조를 파괴 할 수 있다.
- [0017] 상기 (1)단계는 그래파이트를 산화시켜 그래핀 옥사이드를 제조하는 단계로서, 그래파이트를 황산과 인산의 혼합용액에 과망간산칼륨과 함께 투입하여 50℃에서 24시간 동안 반응시켜 혼합물을 제조할 수 있으며, 상기 혼합물을 과산화수소와 열음물의 혼합용액에 넣고 걸러 시료를 수득할 수 있으며, 상기 시료를 염산, 에탄올, 증류수의 순서로 세척 후, 동결건조기에서 -70 내지 0℃에서 48 내지 300시간 동안 동결건조를 수행하여 그래핀 옥사이드를 제조할 수 있다. 상기 동결건조 온도가 -70℃ 이하일 경우 시료의 손상을 유발하고 0℃이상일 경우 동결건조 효과가 미미하며, 동결건조시간이 48시간 이하일 경우 동결건조 효과가 미미하고, 300시간 초과할 경우 시료의 손상을 유발할 수 있다.
- [0018] 상기 (2)단계는 꽃모양 구형 TiO_2 광촉매를 제조하는 단계로서, 상기 TBT와 상기 아세트산은 1:15 내지 1:85의 부피비로 혼합될 수 있다. 상기 아세트산의 부피비가 15 미만일 경우 용매열합성시 꽃모양으로 합성이 이루어지지 않고, 부피비가 85 초과할 경우 마찬가지로 용매열합성시 꽃모양으로 합성이 되지 않는다. 상기 TBT와 상기 아세트산의 혼합물은 교반 후 120 내지 300℃에서 4 내지 24시간 동안 용매열합성 반응을 수행하여 꽃모양 구형 TiO_2 를 제조하는 것일 수 있다. 상기 용매열합성 온도가 120℃ 미만에서는 합성이 이루어지지 않고 300℃를 초과할 경우 용매열합성시 TiO_2 모양의 변형을 가져온다. 상기 용매열합성 시간이 4시간미만의 경우 합성이 이루어지지 않고, 24시간 초과하는 경우 TiO_2 모양의 변형을 가져온다.
- [0019] 또한, 상기 (2)단계는 상기 용매열합성 반응 후 60 내지 120℃에서 6 내지 24시간 동안 건조하는 과정을 포함할

수 있다. 60℃ 미만의 온도에서는 건조가 이루어지지 않고 120℃ 초과하는 경우 시료의 손상을 유발한다. 6시간 미만에서는 건조가 되지 않고 24시간 초과하는 경우 시료의 손상을 유발한다.

[0020] 또한, 상기 (2)단계는 제조된 꽃모양 구형 TiO_2 를 Air 분위기 하에서 300 내지 900℃로 1 내지 6시간 동안 소성시키는 과정을 더 포함할 수 있다. 300℃ 미만의 온도에서 소성시킬 경우 소성 효과가 미미하고, 900℃를 초과하는 온도일 경우 시료의 손상을 유발한다. 1시간 미만에서 소성시킬 경우 소성 효과가 미미하고, 6시간 초과할 경우 시료의 변형 및 손상을 유발한다.

[0021] 상기 (3)단계는 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체를 제조하는 단계로서, 상기 그래핀 옥사이드의 함량은 꽃모양 구형 TiO_2 100 중량부 대비 0.1 내지 30 중량부일 수 있다. 상기 그래핀 옥사이드의 함량이 0.1 중량부 미만 일 경우 광촉매 상승 효과가 미미하며 30 중량부를 초과할 경우 그래핀 옥사이드의 뭉침 현상이 일어난다. 또한, 상기 (3)단계는 증류수에서 수행할 수 있으며, 120 내지 300℃에서 1 내지 24시간 동안 수열합성을 수행할 수 있다. 이 때, 수열합성 온도가 120℃ 미만의 경우 합성이 이루어지지 않고, 300℃를 초과하는 경우에는 환원된 그래핀 옥사이드의 구조를 파괴한다. 상기 수열합성 반응을 수행하면서 그래핀 옥사이드는 환원된 그래핀 옥사이드로 변환된다.

[0022] 상기 (4)단계는 상기 (3)단계에서 수열합성된 시료를 건조하여 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드를 회수하는 단계로서, 5000 내지 8000rpm에서 원심분리 후, 60 내지 120℃에서 6 내지 24시간 동안 건조시키는 것일 수 있다. 상기 원심분리시 5000rpm 이하에서는 원심분리가 이루어지지 않고, 8000rpm 초과하는 경우에는 시료의 손상을 유발한다. 건조시 60℃ 미만의 온도에서는 건조가 이루어지지 않고 120℃ 초과하는 경우에는 시료의 손상을 유발한다. 또한, 건조시간이 6시간 미만에서는 건조가 되지 않고 24시간을 초과할 경우 시료의 손상을 유발한다.

[0023] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 예시하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되는 것으로 해석되지는 않는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 자명할 것이다.

[0024] 실시예 1.

[0025] 황산과 인산이 5:5의 부피비인 혼합용액에 그라파이트 3g과 과망간산칼륨 18g을 넣고 50℃에서 24시간 반응시키고, 이를 3mL 과산화수소와 얼음물이 혼합된 용액에 넣고 거른다. 거른 시료를 염산, 에탄올, 증류수의 순서로 세척 후 건조를 위해 동결건조기를 사용하여 -70℃에서 96시간 동안 동결건조시켜 그래핀 옥사이드를 제조한다. 다음으로 15mL 아세트산에 1.5mL TBT를 혼합하여 10분동안 교반시킨다. 이를 Teflon-line autoclave에 넣고 120℃에서 6시간 용매열합성 반응 시킨 후 에탄올을 이용하여 2번 세척 시킨 후 80℃에서 12시간 건조시킨다. 이 후, Air 분위기 하에 소성온도 300℃에서 1시간동안 소성시켜 꽃모양 구형 TiO_2 광촉매를 제조한다. 복합체는 증류수 50mL에 꽃모양 구형 TiO_2 0.15g과 그래핀 옥사이드를 꽃모양 구형 TiO_2 100 중량부 대비 0.1 중량부를 넣고 30분간 자력 교반 시킨 후 Teflon-line autoclave에 넣고 120℃에서 1시간 동안 수열합성 반응시켜 현탁액의 형태로 제조한다. 마지막으로 반응을 마친 현탁액을 원심분리기를 이용하여 8000rpm의 속도로 10분간 원심분리 시킨 후 80℃에서 12시간 건조시켜 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체를 제조한다.

[0026] 실시예 2.

[0027] 상기 실시예 1과 동일하게 과정을 실시하되, 아세트산의 부피를 30mL로 하고, 용매열반응 온도를 150℃로 하며, 소성온도를 400℃로 하며, 제조된 꽃모양 구형 TiO_2 와 그래핀 옥사이드를 60분 동안 교반하며, 2시간 동안 수열합성하여 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체를 제조한다.

[0028] 실시예 3.

[0029] 상기 실시예 2와 동일하게 과정을 실시하되, 황산과 인산의 부피비를 7:3로 하며, 아세트산 부피를 45mL로 하며, 그래핀 옥사이드 함량을 꽃모양 구형 TiO_2 100중량부 대비 0.5 중량부로 하며, 복합체 제조 시 150℃의 온도로 4시간 동안 수열합성하여 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체를 제조한다.

[0030] 실시예 4.

[0031] 상기 실시예 3과 동일하게 과정을 실시하되, 아세트산 부피를 75mL로 하며, 용매열반응 온도를 180℃로 하며,

소성온도를 500℃로 하며, 복합체 제조 시 꽃모양 구형 TiO_2 와 그래핀 옥사이드 교반시간을 120분으로 하며, 6시간 동안 수열합성하여 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체를 제조한다.

[0032] 실시예 5.

상기 실시예 4와 동일하게 과정을 실시하되, 황산과 인산의 부피비를 9:1로 하며, 소성시간을 2시간으로 하며, 그래핀 옥사이드 함량을 꽃모양 구형 TiO_2 100 중량부 대비 1중량부로 하며, 복합체 제조 시 180℃에서 수열합성하여 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체를 제조한다.

[0034] 실시예 6.

상기 실시예 5와 동일하게 과정을 실시하되, 황산과 인산의 부피비를 10:0로 하며, 용매열반응 온도를 210℃로 하며, 소성온도 700℃에서 4시간 동안 소성하며, 그래핀 옥사이드 함량을 꽃모양 구형 TiO_2 100 중량부 대비 3중량부로 하며, 복합체 제조 시 꽃모양 구형 TiO_2 와 그래핀 옥사이드를 150분 동안 교반한 후 210℃에서 12시간 동안 수열합성 하여 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체를 제조한다.

[0036] 실시예 7.

상기 실시예 6과 동일하게 과정을 실시하되, 황산과 인산의 부피비를 3:7로 하며, 용매열반응 온도를 250℃로 하며, 복합체 제조 시 그래핀 옥사이드 함량을 꽃모양 구형 TiO_2 100 중량부 대비 10 중량부로 하며, 꽃모양 구형 TiO_2 와 그래핀 옥사이드 교반시간을 180분으로 하며, 18시간 동안 수열합성 하여 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체를 제조한다.

[0038] 실시예 8.

상기 실시예 7과 동일하게 과정을 실시하되, 아세트산 부피를 85mL로 하며 800℃에서 6시간 동안 소성하며, 복합체 제조 시 그래핀 옥사이드 함량을 그래핀 옥사이드 함량을 꽃모양 구형 TiO_2 100 중량부 대비 20 중량부로 하며 교반시간을 210분으로 하며, 300℃에서 수열합성하여 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체를 제조한다.

[0040] 실시예 9.

상기 실시예 8과 동일하게 과정을 실시하되, 황산과 인산의 부피비를 1:9로 하며, 용매열반응을 300℃에서 하며, 소성온도를 900℃로 하며, 복합체 제조 시 그래핀 옥사이드 함량을 꽃모양 구형 TiO_2 100 중량부 대비 30 중량부로 하며, 교반시간을 240분으로 하며, 24시간 동안 수열합성하여 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체를 제조한다.

[0042] 비교예 1.

상기 실시예 5와 동일하게 과정을 실시하되, 용매열반응을 수행하지 않고, 그래핀 옥사이드를 넣지 않고 꽃모양 구형 TiO_2 광촉매를 제조한다.

[0044] 비교예 2.

상기 실시예 5와 동일하게 과정을 실시하되, 그래핀 옥사이드를 넣지 않고 꽃모양 구형 TiO_2 광촉매를 제조한다.

[0046] 측정예 1. 본 발명에서 제조한 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 모폴로지 및 표면구조 관찰

Scanning Electron Microscopy(SU8010, Hitach Co., LTD)를 통해 본 발명에서 제조한 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 모폴로지 및 표면구조를 관찰하였다.

[0048] 측정예 2. 본 발명에서 제조한 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 모폴로지 및 표면구조 관찰

Transmission Electron Microscope(TEM-2100F, JEOL Co., USA)를 통해 본 발명에서 제조한 꽃모양 구형 TiO_2 -환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 모폴로지 및 표면구조를 관찰하였다.

[0050] **측정에 3. 본 발명에서 제조한 꽃모양 구형 TiO₂-환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 광분해 능력 측정**

[0051] 꽃모양 구형 TiO₂-환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 광분해 능력 측정을 위해, Solar simulator(Model 11000, Abet Technologies, USA)을 태양광 조사와 함께 교반이 될 수 있도록 설치하고, 반응기는 70mL 바이알병을 사용했고, 15ppm 로다민 비 50mL(rhodamine B)와 제조된 꽃모양 구형 TiO₂-환원된 그래핀 옥사이드 복합체 0.02g을 첨가하였다. 우선 외부의 빛이 들어오지 않는 암실 조건에서 꽃모양 구형 TiO₂-환원된 그래핀 옥사이드 복합체를 로다민 비 용액과 30분 동안 안정화 시킨 후 태양광과 함께 교반시켜 로다민 비를 광분해 시켰다.

[0052] 광분해율 측정을 위해 UV-Vis spectrophotometer(S-3100, Scinco Co., Korea)를 사용하였고, 15분 간격으로 2시간 동안 시료를 채취해 흡광도를 통해 농도 감소를 확인하였다.

표 1

[0053] **본 발명에 따른 꽃모양 구형 TiO₂-환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 제조조건**

샘플명	그래핀 옥사이드 제조 시 황산/인산 비율 (v:v)	아세트산 부피 (mL)	용매열반응 온도 (°C)	소성 온도 (°C)	소성 시간 (h)	그래핀 옥사이드 함량 (wt.%)	TiO ₂ /그래핀 옥사이드 교반 시간 (min)	수열 반응 온도 (°C)	수열 합성 시간 (°C)
실시예 1	5:5	15	120	300	1	0.1	30	120	1
실시예 2	5:5	30	150	400	1	0.1	60	120	2
실시예 3	7:3	45	150	400	1	0.5	60	150	4
실시예 4	7:3	75	180	500	1	0.5	120	150	6
실시예 5	9:1	75	180	500	2	1	120	180	6
실시예 6	10:0	75	210	700	4	3	150	210	12
실시예 7	3:7	75	250	700	4	10	180	210	18
실시예 8	3:7	85	250	800	6	20	210	300	18
실시예 9	1:9	85	300	900	6	30	240	300	24
비교예 1	9:1	75	-	500	2	-	-	-	-
비교예 2	9:1	75	180	500	2	-	-	-	-

표 2

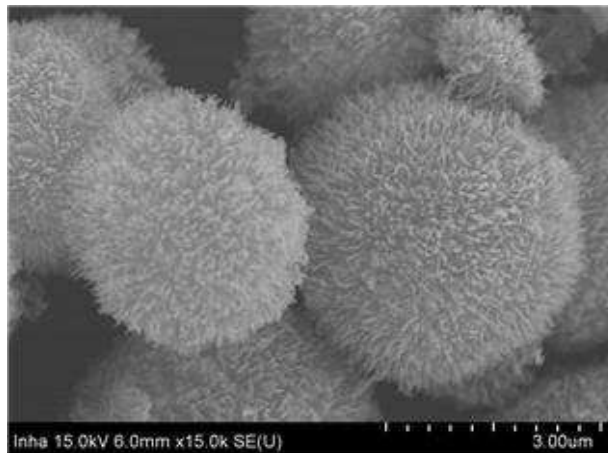
[0054] **본 발명에 따른 꽃모양 구형 TiO₂-환원된 그래핀 옥사이드 복합체의 로다민 비(rhodamine B) 분해효율**

	메틸렌블루 분해율(%)
실시예 1	25.1
실시예 2	31.7
실시예 3	39.8
실시예 4	51.1
실시예 5	98.6
실시예 6	47.5
실시예 7	39.4
실시예 8	25.9
실시예 9	19.6
비교예 1	7.6
비교예 2	20.3

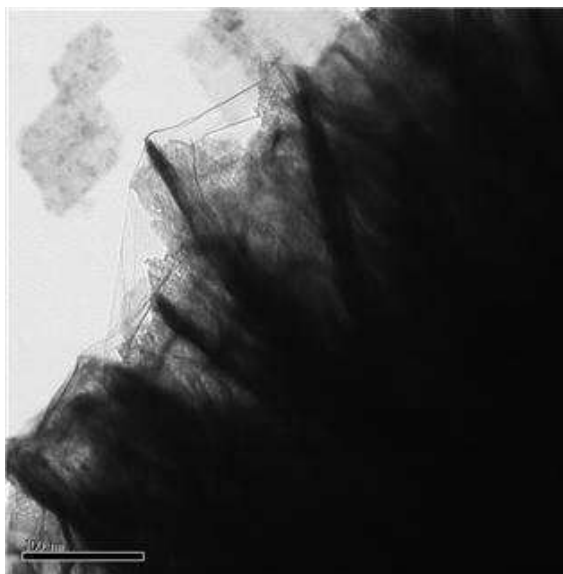
[0055] 이상, 본 발명내용의 특정한 부분을 상세히 기술하였는바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서, 이러한 구체적인 기술은 단지 바람직한 실시양태일 뿐이며, 이에 의해 본 발명의 범위가 제한되는 것이 아닌 점은 명백할 것이다. 따라서 본 발명의 실질적인 범위는 첨부된 청구항들과 그것들의 등가물에 의해 정의된다고 할 것이다.

도면

도면1



도면2



도면3

