(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년04월07일
(11) 등록번호 10-1609953
(24) 등록일자 2016년03월31일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01G 23/047 (2006.01) *B82B 3/00* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-0152891
(22) 출원일자 2014년11월05일
심사청구일자 2014년11월05일
(56) 선행기술조사문헌
US20100269894 A1*
KR1020120111034 A
KR101345118 B1
KR1020090080776 A
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
인하대학교 산학협력단
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
최진섭
경기도 부천시 원미구 조마루로 212, 1202동 1202호(중동, 무지개마을 동신)
김선규
충청남도 홍성군 홍성읍 문화로80번길 32-14, 104동 303호(경성큰마을아파트)
이철호
인천 남구 장천로14번길 32-1, 4동 201호 (숭의동, 대광빌라)
(74) 대리인
특허법인태백

전체 청구항 수 : 총 2 항 심사관 : 이영완

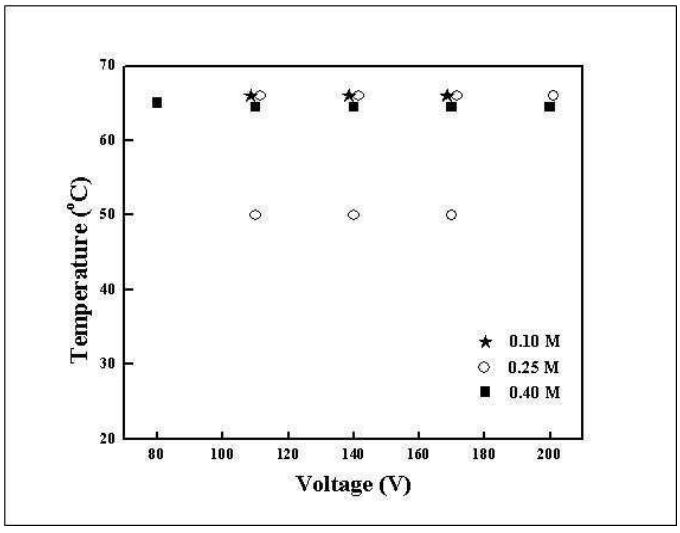
(54) 발명의 명칭 **무 할로겐에서의 양극산화법을 이용한 티타니아 나노튜브 제조**

(57) 요 약

본 발명은 유기용매에 유기산을 첨가하여 전해액을 준비하는 단계(제1단계); 및 상기 전해액에 환원전극으로 백금과 산화전극으로 티타늄을 침지하고, 50 내지 85 ℃로 승온시킨 이후에 110 내지 170 V의 전압을 인가하여 양극산화하는 단계(제2단계)를 포함하는 티타니아 나노튜브 제조방법을 제공한다.

따라서 인체에 유해한 할로겐 원소를 사용하지 아니하고도, 티타니아 나노튜브를 생성할 수 있다. 또한 수십 내지 수분 동안의 짧은 시간에 긴 종횡비를 가지는 나노튜브를 생성할 수 있으며, 상기 나노튜브는 국부적으로 다발 형태인 급속파괴양극산화(Rapid-breakdown-anodizing; RBA) 형태를 갖는다.

대 표 도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1415132260
부처명	산업통상자원부
연구관리전문기관	한국산업기술진흥원
연구사업명	신재생에너지융합원천기술개발(전력기금)
연구과제명	60% 이상의 효율을 가진 수소 발생용 수전해 시스템 개발
기 여 율	1/1
주관기관	인하대학교 산학협력단
연구기간	2013.11.01 ~ 2014.10.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

에틸렌글리콜에 0.4 M의 옥살산을 첨가하여 전해액을 준비하는 단계(제1단계); 및

상기 전해액에 환원전극으로 백금과 산화전극으로 티타늄을 침지하고, 85 ℃로 승온시킨 이후에 110 내지 170 V의 전압을 인가하여 30분 동안 양극산화하는 동안 13 내지 20 mA/㎠의 전류밀도를 유지하는 단계(제2단계)를 포함하는 티타니아 나노튜브 제조방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

청구항 1에 있어서, 상기 전해액은 에틸렌글리콜 총 100 중량부에 대해 옥살산을 1 내지 4.5 중량부로 첨가하는 것을 특징으로 하는 티타니아 나노튜브 제조방법.

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 티타니아 나노튜브의 제조방법에 관한 것으로서 보다 상세하게는 양극산화 시 요구되는 할로겐 원소를 배제하여 티타니아 나노튜브를 제조할 수 있는 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 티타니아(TiO_2) 미립자는 화학적으로 안정하고 활성이 크며 기계적 성질이 양호하여 안료나 고분자 충진제, 화장품 첨가제, 광촉매, 촉매 담체 등 다양한 용도로 사용되고 있다.

[0003] 이 중에서도 특히 100 ㎚ 미만의 크기를 가진 나노 입자들은 광전기화학적 성질이 뛰어나, 최근 수질오염, 대기오염의 증가와 함께 환경정화용 광촉매로 사용이 급증하고 있다. 나노 크기의 티타니아(TiO_2)계 광촉매를 이용한 오염원의 광분해는 적은 비용, 간단한 공정, 높은 활성으로 최근에도 여전히 이 분야 연구의 중심이 되고 있으며, 또한 21세기의 도래와 함께 오일경제에서 수소경제로의 전환을 모색하고 있는 인류의 에너지 문제 해결에도 수소 제조용 광촉매나, 수소 저장용 재료, 유무기 복합계 태양전지 등의 기초물질로서 큰 가능성을 가지고 있다.

[0004] 따라서 이러한 다양한 새로운 용도에 응용이나, 파인세라믹스와 복합 재료 분야, 첨가제, 촉매 분야 등 기존 관련 분야에서의 기능성 향상을 위해서도 티타니아 미립자의 크기나 표면적, 결정상, 다공성 등 형상이 보다 정밀

하게 제어된 나노크기 미립자의 요구가 더욱 커지고 있다. 나노크기 미립자는 그 물질의 종류나 결정상, 제조조건에 따라 구형, 다면체형, 막대형, 튜브형 등 다양한 형상을 띨 수 있는데, 튜브형 티타니아는 최근 카본나노튜브의 커다란 가능성에 힘입어 특히 이방성 형상이 요구되는 산화물 나노튜브분야에 활용이 커질 것으로 기대되고 있다.

[0005] 티타니아 나노튜브 구조를 제조하는 방법은 수열합성(hydrothermal), 템플레이트, 양극산화(anodizing), 및 전기방사 등 다양한 방법이 연구되고 있는데 이중에서 양극산화가 가장 많이 사용되고 있다. 양극산화를 이용하여 티타니아 나노튜브를 제조하려면, 전기화학적 셀이 필요하며, 전해질로써 플루오르 이온(F^-)을 포함하거나 같은 할로겐 원소인 클로라이드(Cl^-), 브롬화 이온(Br^-)을 포함시키는 것이 일반적이다. 수용액 전해액에 플루오르와 같은 할로겐 원소를 포함하는 경우에 비교적 짧고 벽에 립(rib)이 있는 나노튜브가 생성되고, 유기 전해질을 이용할 경우 100 내지 1000 ㎛의 길고 립(rib)이 없는 매끄러운 나노튜브를 제조할 수 있다.

[0006] 한편 대한민국 공개특허공보 제2010-0032841호에서는 이산화티탄 나노튜브의 제조방법에 관한 것으로서, Ti 박막을 전처리하는 제1단계; Ti 박막을 양극산화법으로 산화하는 제2단계; Ti 박막을 세척, 건조하는 제 3단계; 및 상기 Ti 박막 위에 생성된 TiO_2의 아나타제 결정 성장을 위하여 열처리하는 것을 특징으로 하며, 상기 양극산화에 사용되는 전해질은 플루오르 이온을 포함하는 HF, NaF, KF, NH_4 중 어느 하나를 택일하는 것을 개시한다. 전해질이 플루오르를 포함하는 할로겐 원소인 경우에는 티타니아 산화막의 튜브형태로 성장할 수 있도록 할 수 있으나, 할로겐 원소는 인체에 유해하여 대용량의 공정에서는 문제가 있으며, 할로겐 원소를 배제하고도 긴 종횡비를 갖는 나노튜브의 제조방법이 여전히 필요한 실정이다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명은, 할로겐 원소를 포함하지 않는 전해질을 사용하여 양극산화하여 티타늄 표면에 다발(bundle) 형태의 나노튜브가 형성된 급속파괴양극산화(Rapid-breakdown-anodizing; RBA) 형태의 나노튜브를 제조하는데 목적이 있다.

과제의 해결 수단

[0008] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 유기용매에 유기산을 첨가하여 전해액을 준비하는 단계(제1단계); 및 상기 전해액에 환원전극으로 백금과 산화전극으로 티타늄을 침지하고, 50 내지 85 ℃로 승온시킨 이후에 110 내지 170 V의 전압을 인가하여 양극산화하는 단계(제2단계)를 포함하는 티타니아 나노튜브 제조방법을 제공한다.

[0009] 또한 상기 유기용매는 에틸렌글리콜, 글리세롤, 아세토나이트릴, 프로필렌카보네이트 및 다이메틸설폭사이드로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나일 수 있다.

[0010] 또한 상기 유기산은 옥살산일 수 있다.

[0011] 또한 상기 전해액은 유기용매 총 100 중량부에 대해 유기산을 1 내지 4.5 중량부로 첨가할 수 있다.

[0012] 또한 상기 전해액은 유기산을 0.1 내지 0.4 M로 포함할 수 있다.

[0013] 또한 상기 제2단계에서 전압을 인가하여 양극산화하는 동안 13 내지 20 mA/㎠의 전류밀도를 유지할 수 있다.

발명의 효과

[0014] 본 발명에 따른 티타니아 나노튜브 제조방법에 따르면, 인체에 유해한 할로겐 원소를 사용하지 아니하고도, 티타니아 나노튜브를 생성할 수 있다. 또한 수분 내지 수십분 동안의 짧은 시간에 긴 종횡비를 가지는 나노튜브를 생성할 수 있으며, 상기 나노튜브는 국부적으로 다발 형태인 급속파괴양극산화(Rapid-breakdown-anodizing; RBA) 형태를 갖는다.

도면의 간단한 설명

[0015] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 티타니아 나노튜브의 나노튜브 형성 조건을 표시한 그래프이다.

도 2는 본 발명의 실시예에 따른 티타니아 나노튜브의 전자현미경 사진이다.

도 3은 본 발명의 실시예에 따른 티타니아 나노튜브의 투과전자전미경 사진이다.

도 4는 본 발명의 실시예에 따른 티타니아 나노튜브의 X선 회절 분석(XRD)결과를 나타낸 그래프이다.

도 5는 본 발명의 실시예에 따른 양극산화 조건에 따른 전류밀도를 나타낸 그래프이다.

도 6은 본 발명의 실시예에 따른 티타니아 나노튜브의 제조방법에 있어서 전해액 중 유기산의 농도에 따른 티타니아 나노튜브의 표면의 전자현미경 사진이다.

도 7은 본 발명의 실시예에 따른 티타니아 나노튜브의 제조방법에 있어서 양극산화 전 승온온도에 따른 티타니아 나노튜브의 표면의 전자현미경 사진이다.

도 8은 본 발명의 실시예에 따른 티타니아 나노튜브 제조방법에 있어서 양극산화 시 인가전압에 따른 티타니아 나노튜브의 표면의 전자현미경 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0016] 본 발명자는 티타니아 나노튜브(titanina nanotube) 제조방법에 대해 연구 하던 중에 양극산화의 전해액이 인체에 유해한 할로겐 원소를 포함하고 있어, 대용량으로 이용하기 어려운 문제점을 해결하기 위해 유기 전해질의 온도와 전압을 조절하는 경우에는 할로겐 원소 없이도 티타니아 나노튜브가 생성되는 것을 확인하여 본 발명을 완성하였다.

[0017] 이하, 본 발명을 보다 상세하게 설명한다.

[0018] 본 발명은 유기용매에 유기산을 첨가하여 전해액을 준비하는 단계(제1단계); 및 상기 전해액에 환원전극으로 백금과 산화전극으로 티타늄을 침지하고, 50 내지 85 ℃로 승온시킨 이후에 110 내지 170 V의 전압을 인가하여 양극산화하는 단계(제2단계)를 포함하는 티타니아 나노튜브 제조방법을 제공한다.

[0019] 상기 티티나아 나노튜브는 티타늄 표면에 고르게 성장하지 않고 국부적으로 다발(bundle) 형태의 티타니아 나노튜브가 형성되어 급속파괴양극산화(Rapid-breakdown-anodizing; 이하'RBA') 형태로 형성된 것이다.

[0020] 일반적으로 전해질 내에 클로라이드, 과염소산, 브롬화 이온 등을 포함하여 양극산화 할 경우, 수초 내지 수분 내의 높은 종횡비를 갖는 나노튜브를 제조할 수 있다. 이는 산화막 표면에 국부적으로 파괴가 일어나면서 긴 튜브가 자라게 되는데, 나노튜브는 전해질로 빠져나와 이를 추출하여 전극을 개질하는 등의 방법으로 쓰이고 있다. 그러나 상기 클로라이드, 과염소산, 브롬화 이온은 독성이 매우 강하여 인체에 유해한 물질이므로 대용량 공정에서는 사용이 어렵다.

[0021] 상기 티타니아 나노튜브는 전해액에 플루오르 이온(F^-)과 같은 할로겐 원소를 포함하지 않아도, 짧은 반응시간 동안 긴 종횡비를 가질 수 있다.

[0022] 또한 상기 유기용매는 에틸렌글리콜, 글리세롤, 아세토나이트릴, 프로필렌카보네이트 및 다이메틸설폭사이드로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나일 수 있다.

[0023] 또한 상기 유기산은 옥살산일 수 있다.

[0024] 또한 상기 전해액은 유기용매 총 100 중량부에 대해 유기산을 1 내지 4.5 중량부로 첨가할 수 있다.

[0025] 또한 상기 전해액은 유기산을 0.1 내지 0.4 M로 포함할 수 있다.

[0026] 상기 제2단계의 양극산화단계에서 온도, 전압 및 유기산의 농도조건 내에서만 나노튜브가 다발 형태로 티타늄 막에서 형성된다.

[0027] 상기 제2단계에서 양극산화 시 승온되는 온도가 50 ℃ 미만에서는 나노튜브의 형태가 제대로 나타나지 않으며, 100 ℃를 초과하는 경우에는 에칭된 구멍이나, 나노튜브가 보이지 않고 통상적인 배리어 형태의 산화막이 형성된다.

[0028] 여기서 승온되는 온도가 85 ℃일 때 에칭된 구멍이 극대화되고 구멍 안에서 길고 가는 다발형태의 나노튜브가 나타났다.

[0029] 또한 제2단계에서 전압을 인가하는 경우 110 내지 170 V의 전압 조건을 벗어나는 경우에 나노튜브가 다발 형상

으로 생성되지 않는다.

[0030] 또한 상기 제2단계에서 전압을 인가하여 양극산화하는 동안 13 내지 20 mA/㎠의 전류밀도를 유지할 수 있다.

[0031] 상기 제2단계의 양극산화 동시 전류밀도가 너무 높거나 낮으면 티타니아 나노튜브가 생성되지 않는다.

[0032] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예를 제시하나, 하기 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐 본 발명의 범위가 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.

[0033] **<실시예 1> 티타니아 나노튜브의 제조**

[0034] 티타늄 호일(Titanium foil, 0.127 mm, 99.7% purity)을 아세톤, 에탄올, 증류수로 각각 15분 동안 초음파 세척을 한 뒤, 질소 분위기에서 건조시켰다. 2전극 전기화학 장치로 애노드 전극(anode)에 티타늄 호일, 캐소드 전극(cathode)에 메쉬(mesh) 형태의 백금(platinum)을 배치하였다. 전해액으로 에틸렌 글리콜(ethylene glycol, anhydrous, 99.8%)을 용매로 하고, 옥살릭 애시드 다이하이드레이트(Oxalic acid dihydrate)를 용질로 하여 0.10 M의 농도로 준비하였다. 상기 전해액은 양극산화 전에 65 ℃로 승온시킨 뒤, 110 V의 전압으로 30분 동안 양극산화 하였다. 양극산화 한 뒤, 샘플을 증류수로 씻어 오븐에서 건조시키고 티타니아 나노튜브를 수득하였다.

[0035] **<비교예 1> 전해액의 농도 조건**

[0036] 전해액 중에 유기산의 농도에 따른 티타니아 나노튜브의 형태를 확인하기 위해 에틸렌 글리콜(ethylene glycol, anhydrous, 99.8%)를 용매, 옥살릭 애시드 다이하이드레이트(Oxalic acid dihydrate)를 용질로 하여 각각 0.10 M, 0.25 M 및 0.40 M의 농도로 준비하였다. 상기 전해액은 양극산화 전에 65 ℃로 승온시킨 뒤, 80 V의 전압으로 30분 동안 양극산화 하였다. 양극산화 한 뒤, 샘플은 증류수로 씻어 오븐에서 건조시키고 티타니아 나노튜브를 수득하였다.

[0037] **<비교예 2> 양극산화전 승온 조건**

[0038] 온도를 승온하여 양극산화하는 경우의 티타니아 나노튜브의 형태를 확인하기 위해 0.25 M 농도의 전해질의 온도를 각각 35, 50, 85 및 100 ℃ 승온시킨 뒤, 170 V의 전압으로 30분 동안 양극산화 하였다.

[0039]

[0040] **<비교예 3> 양극산화의 전압 조건**

[0041] 전압을 다르게하여 양극산화하는 경우의 티타니아 나노튜브의 형태를 확인하기 위해 전압을 80 V, 170 V, 및 200 V로 인가한 것을 제외하고는 실시예 1의 조건과 동일하게 양극산화를 진행하여 티타니아 나노튜브를 제조하였다.

[0042] **<실험예 1> 티타니아 나노튜브의 물성**

[0043] 유기산의 농도, 양극산화전 승온 온도 및 양극산화 인가 전압 조건을 달리하여 제조된 각각의 티타니아 나노튜브를 전자현미경(scanning electron microscope; SEM)으로 관찰하였으며, 투과전자현미경(transmission electron microscope: TEM)을 사용하여 산화막 표면을 관찰하였다. 또한 전류밀도-시간 그래프 등의 분석법을 이용하여 최적의 티타니아 나노튜브 제조 조건을 확인하였다.

[0044] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 티타니아 나노튜브의 나노튜브 형성 조건을 표시한 그래프이다.

[0045] 도면을 참조하면, 실시예 1 및 비교예 1 내지 3에서 제조된 티타니아 나노튜브를 유기산의 농도, 양극산화전 승온 온도 및 양극산화 인가 전압 조건의 3가지 변수에 따라 나노튜브가 생성되는 지점을 표시하였다. 유기산의 농도는 0.10, 0.25, 0.40 M이고, 양극산화전 승온시킨 온도는 35, 50, 65 ℃이며, 양극산화 전압은 80, 110, 140, 170, 200 V에서 나노튜브의 생성을 확인하였다. 여백부분은 나노튜브형태가 생성되지 않은 영역이고, 50

내지 65 ℃에서 110 내지 170 V의 전압을 인가하는 경우에서 티타니아 나노튜브가 형성되었다.

[0046] 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 티타니아 나노튜브의 전자현미경 사진이다.

[0047] 도면을 참조하면, 유기산의 농도가 0.10 M이고, 양극산화 전에 65 ℃로 승온시킨 뒤, 110 V의 전압으로 30분 동안 양극산화한 경우 매우 짧은 시간에서도 국부적으로 RBA 형태의 나노튜브가 생성된 것을 확인하였다.

[0048] 도 3은 본 발명의 실시예에 따른 티타니아 나노튜브의 투과전자전미경 사진이다.

[0049] 도면을 참조하면, 유기산의 농도가 0.25 M이고, 양극산화 전에 65 ℃로 승온시킨 뒤, 140 V의 전압으로 30분 동안 양극산화한 경우에는 산화막 표면에 작은 구멍이 에칭되고, 상기 에칭된 구멍에서 튜브가 생성되기 시작하는 것을 확인하였다.

[0050] 도 4는 본 발명의 실시예에 따른 티타니아 나노튜브의 X선 회절 분석(XRD)결과를 나타낸 그래프이다.

[0051] 도 3의 삽도는 티타니아 나노튜브의 세드(SEAD) 패턴을 나타낸 것인데 도 4의 XRD 피크와 대조하여 볼 때 제조된 티타니아 나노튜브는 비결정형임을 알 수 있었다.

[0052] 도 5는 본 발명의 실시예에 따른 양극산화 조건에 따른 전류밀도를 나타낸 그래프이다.

[0053] 도면을 참조하면, 시간에 따라 전류밀도를 측정하였을 때, 그래프 최상측과 최하측 그래프는 티타니아 나노튜브가 생성되지 못한 조건이었으며, 중심부의 모여 있는 4개의 그래프의 조건에서 티타니아 나노튜브가 생성되었다. 따라서 양극산화 동안 전류밀도가 너무 높거나 낮으면 티타니아 나노튜브를 생성할 수 없으며, 적정한 전류밀도인 13 내지 20 mA/㎠를 유지하는 경우에 티타니아 나노튜브가 생성됨을 확인하였다.

[0054] 1. 유기산 농도에 따른 변화

[0055] 도 6은 본 발명의 실시예에 따른 티타니아 나노튜브의 제조방법에 있어서 전해액 중 유기산의 농도에 따른 티타니아 나노튜브의 표면의 전자현미경 사진이다.

[0056] 도면을 참조하면, 도면을 참조하면 다른 변수들을 고정하고 전해액 중 유기산의 농도를 변화시켜 양극산화 하는 경우에 80 V의 저전압에서 0.10 M, 0.25 M에서는 에칭된 구멍이나 나노튜브가 관찰되지 않았지만, 0.40 M의 고농도에서 에칭된 구멍 안에 다발형태의 나노튜브가 관찰되었다.

[0057] 2. 승온 온도 조건에 따른 변화

[0058] 도 7은 본 발명의 실시예에 따른 티타니아 나노튜브의 제조방법에 있어서 양극산화 전 승온온도에 따른 티타니아 나노튜브의 표면의 전자현미경 사진이다.

[0059] 도면을 참조하면, 다른 변수들을 고정하고 승온 온도를 변화하여 양극산화 하는 경우에는 35 ℃에서는 나노튜브의 초기상태만이 관찰되고, 50 ℃에 다다르면 산화막 표면에서 나노튜브가 터지는 형태로 발달하였다. 65 ℃로 더 승온시키면 산화막 표면에 작은 구멍이 에칭되고 그 구멍 안에서 돌기형태로 성장하였다. 85 ℃에서는 상기 에칭된 구멍이 더 많아지고, 그 안에서 다발(bundle)형태로 튜브가 생성되었다. 100 ℃에서는 에칭된 구멍이나, 튜브구조가 보이지 않고 일반적 배리어 (barrier) 형태의 산화막이 생성되었다.

[0060] 3. 인가 전압에 따른 변화

[0061] 도 8은 본 발명의 실시예에 따른 티타니아 나노튜브 제조방법에 있어서 양극산화 시 인가전압에 따른 티타니아 나노튜브의 표면의 전자현미경 사진이다.

[0062] 도면을 확인하면, 인가 전압이 80 V미만으로 너무 낮거나, 200V를 초과하여 너무 높은 경우에는 티타니아 나노튜브가 생성되지 않았으며, 110 내지 170 V 의 전압에서 주로 나노튜브가 관찰되었다.

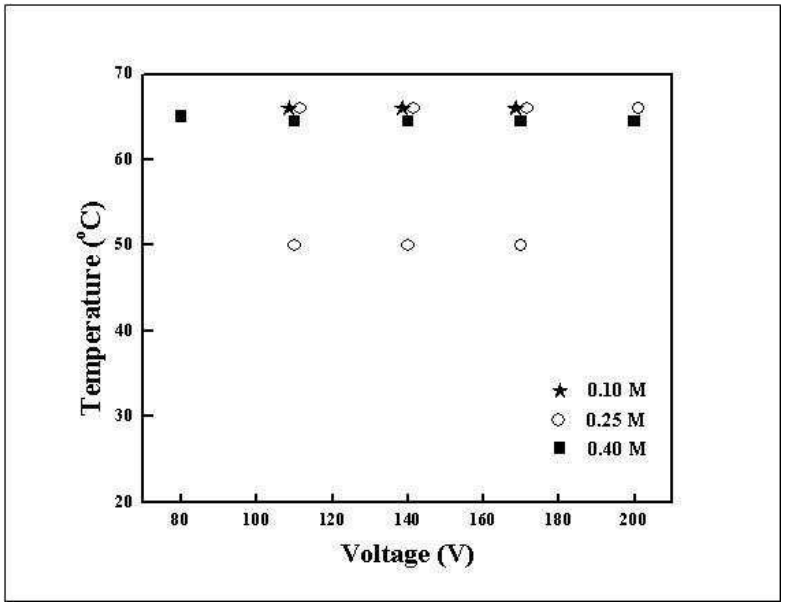
[0063] 이상에서 살펴본 바와 같이 본 발명에 따른 티타니아 나노튜브 제조방법에 에 의하면 RBA 형태의 티타니아 나노튜브를 제조함에 있어서, 할로겐 원소를 배제하고 전해액의 유기산의 농도와 양극산화 전의 승온 온도 및 양극

산화 시의 인가전압을 조절함으로써, 짧은 시간 동안 RBA 형태의 티타니아 나노튜브를 제조할 수 있다.

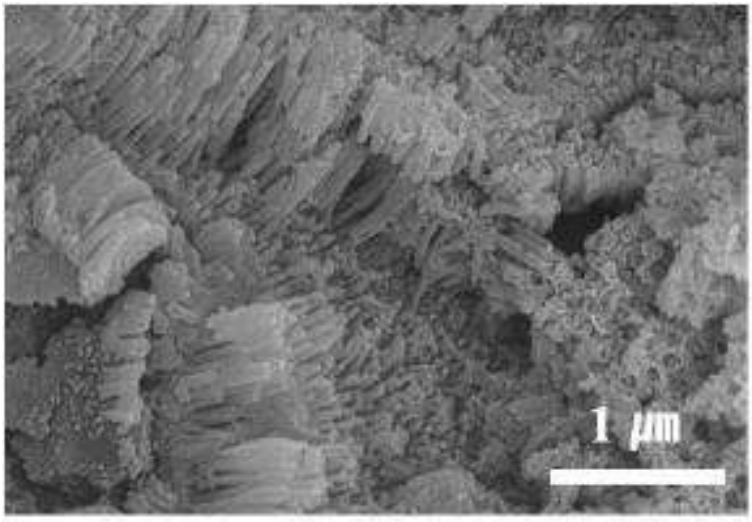
[0064] 본 발명은 한정된 실시예를 참고로 설명되었으나 이는 예시적인 것에 불과하며, 본 기술 분야의 통상의 지식을 가진 자라면 이로부터 다양한 변형 및 균등한 다른 실시예가 가능하다는 점을 이해할 것이다. 따라서, 본 발명의 진정한 기술적 보호 범위는 첨부된 특허청구범위의 기술적 사상에 의하여 정해져야 할 것이다.

도면

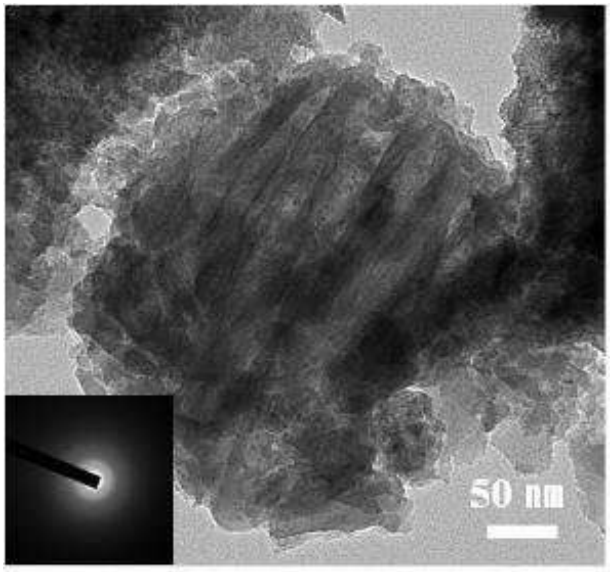
도면1



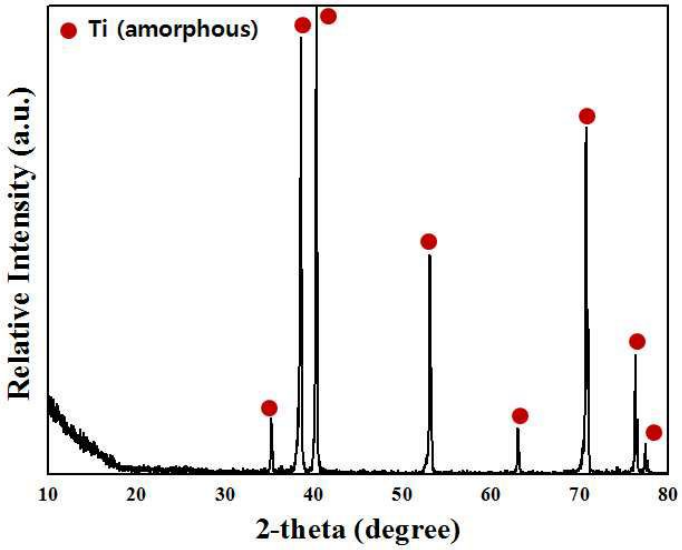
도면2



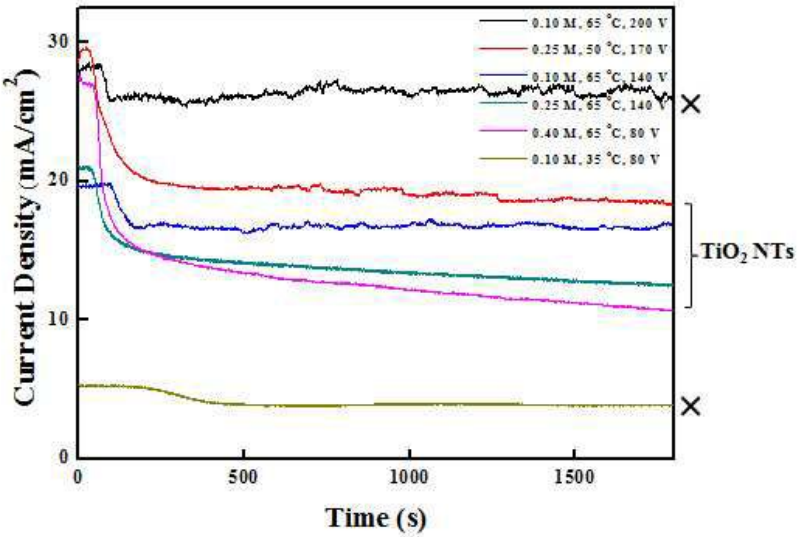
도면3


50 nm

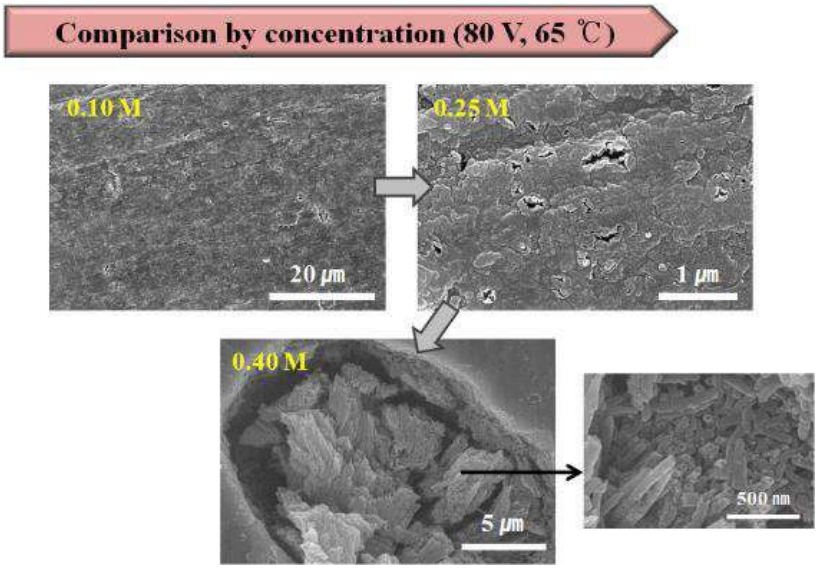
도면4


Ti (amorphous)
Relative Intensity (a.u.)
10
20
30
40
50
60
70
80
2-theta (degree)

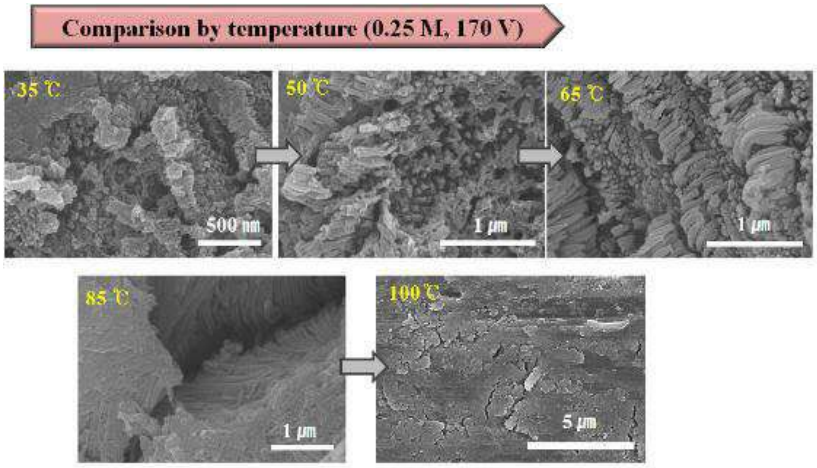
도면5


0.10 M, 65 °C, 200 V
0.25 M, 50 °C, 170 V
0.10 M, 65 °C, 140 V
0.25 M, 65 °C, 140 V
0.40 M, 65 °C, 80 V
0.10 M, 35 °C, 80 V
TiO2 NTs
Current Density (mA/cm2)
Time (s)
0
10
20
30
0
500
1000
1500

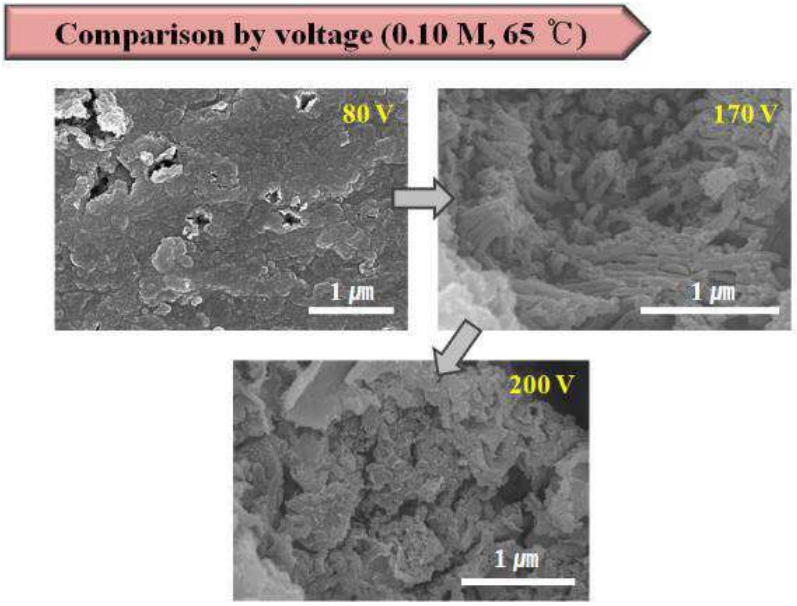
도면6


Comparison by concentration (80 V, 65 ℃)
0.10 M
20 μm
0.25 M
1 μm
0.40 M
5 μm
500 nm

도면7


Comparison by temperature (0.25 M, 170 V)
35 ℃
500 nm
50 ℃
1 μm
65 ℃
1 μm
85 ℃
1 μm
100 ℃
5 μm

도면8


Comparison by voltage (0.10 M, 65 ℃)
80 V
1 μm
170 V
1 μm
200 V
1 μm