(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2014-0006220
(43) 공개일자 2014년01월16일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C23C 22/05 (2006.01) *C23F 1/18* (2006.01)
C23F 1/30 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2012-0069421
(22) 출원일자 2012년06월27일
심사청구일자 2012년06월27일

(71) 출원인
한국기계연구원
대전광역시 유성구 가정북로 156 (장동)
(72) 발명자
문성모
경상남도 창원시 성산구 창원대로780번길 34 (외동, 월드메르디앙 이스턴애비뉴) 104동 303호
정용수
경상남도 창원시 성산구 상남로 48 (상남동, 대우아파트) 12동 408호
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김정수

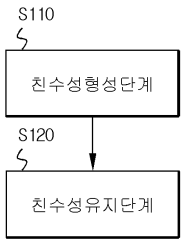
전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 발명의 명칭 **티타늄의 친수성 표면개질 방법**

(57) 요 약

본 발명은 티타늄의 친수성 표면개질 방법에 관한 것으로서, 티타늄을 알칼리용액에 침지하여 상기 티타늄의 표면에 친수성 네트워크 구조를 형성하는 친수성형성단계; 및 상기 친수성 네트워크 구조가 형성된 티타늄을 열처리하여 상기 친수성 네트워크 구조를 다공성 구조로 변화시키는 친수성유지단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

대 표 도 - 도1



(72) 발명자

이주열

경상남도 김해시 장유면 무계리 더 샾 아파트 104 동 1102호

이주영

경상남도 창원시 성산구 성산대로 창원대로 797

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	2011-0027781
부처명	교육과학기술부
연구사업명	미래기반기술개발사업
연구과제명	금속이식물의 골결합력 극대화를 위한 표면제어기술 개발
기 여 율	1/2
주관기관	재료연구소
연구기간	2011.08.01 ~ 2012.07.31이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호	PICH880
부처명	재료연구소
연구사업명	수탁사업
연구과제명	티타늄 픽스쳐 표면에칭 및 세정기술 기술전수
기 여 율	1/2
주관기관	재료연구소
연구기간	2011.12.01 ~ 2012.09.30

특허청구의 범위

청구항 1

티타늄을 알칼리용액에 침지하여 상기 티타늄의 표면에 친수성 네트워크 구조를 형성하는 친수성형성단계; 및

상기 친수성 네트워크 구조가 형성된 티타늄을 열처리하여 상기 친수성 네트워크 구조를 다공성 또는 결정질 구조로 변화시키는 친수성유지단계를 포함하는 티타늄의 친수성 표면개질 방법.

청구항 2

티타늄을 산성용액에 애칭하여 표면에 돌기형구조물을 형성하는 기초구조물형성단계;

상기 돌기형구조물이 형성된 티타늄을 알칼리용액에 침지하여 상기 티타늄의 돌기형구조물에 친수성 네트워크 구조를 형성하는 친수성형성단계; 및

상기 친수성 네트워크 구조가 형성된 티타늄을 열처리하여 상기 친수성 네트워크 구조를 다공성 또는 결정질 구조로 변화시키는 친수성유지단계를 포함하는 티타늄의 친수성 표면개질 방법.

청구항 3

제 2항에 있어서,

상기 돌기형구조물은,

상기 티타늄을 pH 1 이하의 산성용액에 애칭하여 형성하는 것을 특징으로 하는 티타늄의 친수성 표면개질 방법.

청구항 4

제 3항에 있어서,

상기 돌기형구조물은,

상기 티타늄을 황산, 염산 및 불산 중 적어도 하나를 포함하는 산성용액에 애칭하여 형성하는 것을 특징으로 하는 티타늄의 친수성 표면개질 방법.

청구항 5

제 1항 내지 제 4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 친수성형성단계는,

상기 티타늄을 0.5M 내지 10M의 수산화나트륨(NaOH) 또는 수산화칼륨(KOH) 용액에 침지하여 상기 친수성 네트워크 구조를 형성하는 것을 특징으로 하는 티타늄의 친수성 표면개질 방법.

청구항 6

제 5항에 있어서,

상기 친수성 네트워크 구조는,

상기 티타늄을 65℃ 내지 75℃의 수산화나트륨(NaOH) 또는 수산화칼륨(KOH) 용액에 침지하여 형성하는 것을 특징으로 하는 티타늄의 친수성 표면개질 방법.

청구항 7

제 6항에 있어서,

상기 친수성 네트워크 구조는,

상기 티타늄을 수산화나트륨(NaOH)용액에 10분 내지 200분 동안 침지하여 형성하는 것을 특징으로 하는 티타늄의 친수성 표면개질 방법.

청구항 8

제 7항에 있어서,

상기 친수성 네트워크 구조는

산화물, 수화물 및 수소화물 중 적어도 하나로 형성되는 것을 특징으로 하는 티타늄의 친수성 표면개질 방법.

청구항 9

제 1항 내지 제 4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 친수성유지단계는,

공기 또는 불활성 분위기 내에서의 열처리를 통해 상기 티타늄을 열처리하는 것을 특징으로 하는 티타늄의 친수성 표면개질 방법.

청구항 10

제 9항에 있어서,

상기 친수성유지단계는,

공기 중에서 200℃ 내지 350℃로 열처리하는 것을 특징으로 하는 티타늄의 친수성 표면개질 방법.

청구항 11

티타늄을 양극산화하여 상기 티타늄의 표면에 산화티타늄(TiO2) 나노튜브를 형성하는 나노튜브형성단계; 및

상기 산화티타늄 나노튜브가 형성된 티타늄을 열처리하여 상기 산화티타늄 나노튜브를 결정질 구조로 변화시키는 친수성유지단계를 포함하는 티타늄의 친수성 표면개질 방법.

청구항 12

제 11항에 있어서,

상기 나노튜브형성단계는,

양극기판을 화학연마공정, 탈지공정 및 에칭공정을 통해 전처리하는 전처리단계;

상기 양극기판, 음극기판, 수용액 전해질 및 플라스틱 재질의 반응조를 포함하는 셀을 준비하는 셀준비단계; 및

상기 셀에 전압을 인가하여 양극산화반응을 일으키는 양극산화단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 티타늄의 친수성 표면개질 방법.

청구항 13

제 12항에 있어서,

상기 수용성 전해질은 물, 플루오르화수소(HF) 및 인산(H3PO4)을 포함하고, 상기 플루오르화수소의 농도는 0.1M 내지 0.5M이며, 상기 인산의 농도는 0.1M 내지 10M인 것을 특징으로 하는 티타늄의 친수성 표면개질 방법.

청구항 14

제 11항 내지 제 13항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 양극산화단계는,

10시간 내지 20시간 동안 양극산화반응을 일으키는 것을 특징으로 하는 티타늄의 친수성 표면개질 방법.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 티타늄의 친수성 표면개질 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 티타늄 표면에 나노크기의 네트워크 구조 또는 나노튜브를 형성하고, 열처리과정을 통해 다공성으로 변화시킴으로써, 친수성을 갖는 티타늄을 제조하기 위한 것이다.

[0002] 특히, 본 발명은 네트워크 구조의 형성을 위하여 알칼리 용액에 티타늄을 침지함에 있어, 친수성을 크게 향상시킬 수 있는 알칼리 용액의 농도, 온도 및 침지시간을 제공함은 물론, 형성된 친수성을 장시간동안 유지할 수 있는 최적의 열처리 조건을 제공할 수 있는 티타늄의 친수성 표면개질 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] 친수성으로 표면을 개질하는 종래의 기술 중, 대한민국 등록특허공보 제10-1154379호 "산소 플라즈마를 이용하여 초친수성 표면개질된 산화티타늄 나노구조물 및 이의 제조방법"은 산화티타늄 나노구조물을 기판상에 증착하고 산소 플라즈마처리하여 유리, 안경 및 거울 등에 친수성 코팅을 하는 방법을 제시하고 있고,

[0004] 대한민국 등록특허공보 제10-1118475호 "친수화 표면개질된 복합 다공막 및 이의 제조방법"에서도 플라즈마 처리에 의해 표면을 친수화로 개질하는 기술이 나타나 있다.

[0005] 그러나, 종래의 친수화 방법들은 주로 플라즈마를 이용하여 수행되고 있기 때문에, 제품에 친수성을 부여하기 위한 시스템에 플라즈마를 발생하는 장치가 필수적으로 요구되고 있으며, 이는 전체 시스템의 설비비용 증가 및 제품의 제조단가 상승의 요인이 되고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허공보 제10-1154379호 "산소 플라즈마를 이용하여 초친수성 표면개질된 산화티타늄 나노구조물 및 이의 제조방법".

(특허문헌 0002) 대한민국 등록특허공보 제10-1118475호 "친수화 표면개질된 복합 다공막 및 이의 제조방법".

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 상기와 같은 문제점을 해결하기 위해서, 본 발명은 제품에 친수성을 부여하기 위한 시스템의 설비비용을 최소화하고, 친수성으로 개질된 제품의 제조단가를 최소화할 수 있는 티타늄의 친수성 표면개질 방법을 제공하는데 목적이 있다.

[0008] 이를 위하여, 본 발명은 알칼리 침지법 또는 나노튜브 형성법을 통해 티타늄 표면에 나노크기의 네트워크 구조 또는 나노튜브를 형성하고, 열처리과정을 통해 다공성으로 변화시킴으로써, 향상된 친수성을 갖는 저가의 티타늄을 제조할 수 있는 티타늄의 친수성 표면개질 방법을 제공하는데 목적이 있다.

[0009] 특히, 본 발명은 알칼리 용액에 티타늄을 침지함에 있어, 친수성을 크게 향상시킬 수 있는 알칼리 용액의 농도, 온도 및 침지시간을 제공할 수 있는 티타늄의 친수성 표면개질 방법을 제공하는데 목적이 있다.

[0010] 또한, 본 발명은 알칼리 침지법 또는 나노튜브 형성법을 통해 개질된 친수성을 장시간동안 유지할 수 있는 최적의 열처리 조건을 제공할 수 있는 티타늄의 친수성 표면개질 방법을 제공하는데 목적이 있다.

과제의 해결 수단

[0011] 상기와 같은 목적을 달성하기 위해서, 본 발명에 따른 티타늄의 친수성 표면개질 방법은, 티타늄을 알칼리용액에 침지하여 상기 티타늄의 표면에 친수성 네트워크 구조를 형성하는 친수성형성단계; 및 상기 친수성 네트워크 구조가 형성된 티타늄을 열처리하여 상기 친수성 네트워크 구조를 다공성 또는 결정질 구조로 변화시키는 친수성유지단계를 포함한다.

[0012] 또한 본 발명에 따른 티타늄의 친수성 표면개질 방법은, 티타늄을 산성용액에 애칭하여 표면에 돌기형구조물을 형성하는 기초구조물형성단계; 상기 돌기형구조물이 형성된 티타늄을 알칼리용액에 침지하여 상기 티타늄의 돌기형구조물에 친수성 네트워크 구조를 형성하는 친수성형성단계; 및 상기 친수성 네트워크 구조가 형성된 티타늄을 열처리하여 상기 친수성 네트워크 구조를 다공성 또는 결정질 구조로 변화시키는 친수성유지단계를 포함한다.

[0013] 또한 상기 돌기형구조물은, 상기 티타늄을 pH 1 이하의 산성용액에 애칭하여 형성할 수 있다.

[0014] 또한 상기 돌기형구조물은, 상기 티타늄을 황산, 염산 및 불산 중 적어도 하나를 포함하는 산성용액에 애칭하여 형성할 수 있다.

[0015] 또한 상기 친수성형성단계는, 상기 티타늄을 0.5M 내지 10M의 수산화나트륨(NaOH) 또는 수산화칼륨(KOH) 용액에 침지하여 상기 친수성 네트워크 구조를 형성할 수 있다.

[0016] 또한, 상기 티타늄을 65℃ 내지 75℃의 수산화나트륨(NaOH) 또는 수산화칼륨(KOH) 용액에 침지하여 형성할 수 있다.

[0017] 또한, 상기 친수성 네트워크 구조는, 상기 티타늄을 수산화나트륨(NaOH)용액에 10분 내지 200분 동안 침지하여 형성할 수 있다.

[0018] 또한 상기 친수성 네트워크 구조는 산화물, 수화물 및 수소화물 중 적어도 하나로 형성될 수 있다.

[0019] 또한 상기 친수성유지단계는, 공기 또는 불활성 분위기 내에서의 열처리를 통해 상기 티타늄을 열처리할 수 있다.

[0020] 또한 상기 친수성유지단계는, 공기 중에서 200℃ 내지 350℃로 열처리할 수 있다.

[0021] 또한 본 발명에 따른 티타늄의 친수성 표면개질 방법은, 티타늄을 양극산화하여 상기 티타늄의 표면에 산화티타늄(TiO2) 나노튜브를 형성하는 나노튜브형성단계; 및 상기 산화티타늄 나노튜브가 형성된 티타늄을 열처리하여 상기 산화티타늄 나노튜브를 결정질 구조로 변화시키는 친수성유지단계를 포함한다.

[0022] 또한 상기 나노튜브형성단계는, 양극기판을 화학연마공정, 탈지공정 및 에칭공정을 통해 전처리하는 전처리단계; 상기 양극기판, 음극기판, 수용액 전해질 및 플라스틱 재질의 반응조를 포함하는 셀을 준비하는 셀준비단계; 및 상기 셀에 전압을 인가하여 양극산화반응을 일으키는 양극산화단계를 포함할 수 있다.

[0023] 또한, 상기 수용성 전해질은 물, 플루오르화수소(HF) 및 인산(H3PO4)을 포함하고, 상기 플루오르화수소의 농도는 0.1M 내지 0.5M이며, 상기 인산의 농도는 0.1M 내지 10M일 수 있다.

[0024] 또한 상기 양극산화단계는, 10시간 내지 20시간 동안 양극산화반응을 일으킬 수 있다.

발명의 효과

[0025] 상기와 같은 해결수단에 의해, 본 발명은 제품의 제조단가를 최소화하면서도 향상된 친수성을 갖는 티타늄 제품을 제조할 수 있다.

[0026] 또한, 개질된 친수성을 장기간동안 유지할 수 있는 티타늄 제품을 제조할 수 있다.

[0027] 특히, 본 발명은 친수성을 크게 향상시킬 수 있는 알칼리 용액의 농도, 온도 및 침지시간을 제공함으로써, 보다 향상된 친수성 및 친수성 유지시간을 갖는 티타늄 제품을 제조할 수 있다.

[0028] 또한, 본 발명은 티타튬의 표면에 산화티타늄의 나노튜브를 형성함으로써, 현저히 향상된 친수성 및 친수성 유지시간을 갖는 티타늄 제품을 제조할 수 있다.

[0029] 따라서, 티타늄을 이용하는 다양한 분야에서 생활성, 신뢰성 및 제품 경쟁력을 향상시킬 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0030] 도 1은 본 발명에 의한 티타늄의 친수성 표면개질 방법에 대한 일 실시예를 나타내는 흐름도이다.

도 2는 도 1의 단계 "S110"에 의해 친수성으로 개질된 티타늄의 표면사진이다.

도 3은 도 1의 단계 "S120"에 의해 열처리된 티타늄의 표면사진이다.

도 4는 도 1의 단계 "S110"에서 수산화나트륨(NaOH)용액의 침지시간에 따른 티타늄의 친수능력을 비교한 사진이다.

도 5는 도 1에서 수산화나트륨(NaOH)용액의 침지시간별 열처리 전과 열처리 후에 대한 8일 후 티타늄의 친수능력을 비교한 사진이다.

도 6은 본 발명에 의한 티타늄의 친수성 표면개질 방법에 대한 다른 일 실시예를 나타내는 흐름도이다.

도 7은 도 6의 단계 "S220"에 의해 친수성으로 개질된 티타늄의 표면사진이다.

도 8은 도 6의 단계 "S230"에 의해 열처리된 티타늄의 표면사진이다.

도 9는 도 6의 단계 "S220"에서 수산화나트륨(NaOH)용액의 침지시간에 따른 티타늄의 친수능력을 비교한 사진이다.

도 10은 도 6에서 수산화나트륨(NaOH)용액의 침지시간별 열처리 전과 열처리 후에 대한 8일 후 티타늄의 친수능력을 비교한 사진이다.

도 11은 본 발명에 의한 티타늄의 친수성 표면개질 방법에 대한 또 다른 일 실시예를 나타내는 흐름도이다.

도 12는 도 11의 단계 "S310"에서 양극산화시간에 따라 형성되는 나노튜브를 촬영한 사진이다.

도 13은 도 11의 단계 "S310"에서 양극산화시간별 6개월 후 티타늄의 친수능력을 비교한 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0031] 본 발명에 따른 티타늄의 친수성 표면개질 방법에 대한 예는 다양하게 적용할 수 있으며, 이하에서는 첨부된 도면을 참조하여 가장 바람직한 실시 예에 대해 설명하기로 한다.

[0032] 도 1은 본 발명에 의한 티타늄의 친수성 표면개질 방법에 대한 일 실시예를 나타내는 흐름도이다.

[0033] 본 발명에 따른 티타늄의 친수성 표면개질 방법의 일 실시예는 도 1에 나타난 바와 같이, 친수성형성단계(단계 S110) 및 친수성유지단계(단계 S120)를 포함한다.

[0034] 친수성형성단계(단계 S110)는 티타늄을 알칼리용액에 침지하여 티타늄의 표면에 친수성 네트워크 구조를 형성한다.

[0035] 또한, 친수성유지단계(단계 S120)는 친수성 네트워크 구조가 형성된 티타늄을 열처리하여 친수성 네트워크 구조를 다공성 구조로 변화시킨다.

[0036] 실시예 1

[0037] 본 발명의 실시예 1에서 친수성형성단계(단계 S110)는, 수산화나트륨(NaOH)용액에 티타늄을 침지하여 표면에 친수성 네트워크 구조를 형성한다.

[0038] 여기서, 친수성형성단계(단계 S110)는 상기 티타늄을 0.01M 이상의 65℃ 수산화나트륨(NaOH) 또는 수산화칼륨(KOH) 용액에 5분 내지 수일동안 침지하여 친수성 네트워크 구조를 형성할 수 있다. 바람직하게는, 수산화나트륨(NaOH)용액은 0.5M(몰농도) 내지 6M의 농도로 구성되고, 온도는 65℃ 내지 75℃를 유지하면서, 160분 내지 200분 동안 티타늄을 침지하여 친수성 네트워크 구조를 형성한다.

[0039] 이때, 티타늄의 표면에 형성되는 친수성 네트워크 구조는 산화물, 수화물 및 수소화물 중 적어도 하나로 구성될 수 있다.

[0040] 또한 본 발명의 실시예 1에서 친수성유지단계(단계 S120)는, 공기 중에서 280℃ 내지 320℃로 열처리하여, 친수성형성단계(단계 S110)에서 형성된 네트워크 구조를 다공성으로 변환한다. 또한 친수성유지단계(단계 S120)는, 질소나 아르곤과 같은 불활성 분위기에 의해 열처리할 수 있다.

[0041] 도 2는 실시예 1의 친수성형성단계(단계 S110)에 의해 제조된 중간제조물의 표면을 주사형 전자 현미경(Field Emission Scanning Electron Microscope, FESEM)으로 촬영한 사진이다.

[0042] 도 2의 (a)는 1M의 70℃ 수산화나트륨(NaOH)용액에 10분동안 침지한 티타늄의 표면을 촬영한 사진이고, 도 2의 (b)는 동일한 수산화나트륨용액에 1시간동안 침지한 티타늄의 표면을 촬영한 사진이며, 도 2의 (c)는 동일한 수산화나트륨용액에 2시간동안 침지한 티타늄의 표면을 촬영한 사진이다.

[0043] 도 2를 참조하면, 수산화나트륨용액에 티타늄을 침지한 시간이 길어질수록 보다 향상된 친수성을 갖는 네트워크 구조가 형성됨을 알 수 있다. 다만, 티타늄을 과도하게 오랜 시간(예를 들어, 200분 이상)동안 수산화나트륨용액에 침지할 경우, 티타늄의 표면에 형성한 친수성 네트워크 구조의 내구성이 약화되는 등의 문제가 발생할 수 있다.

[0044] 따라서, 티타늄의 침지시간은 200분을 경과하지 않도록 함이 바람직하다.

[0045] 도 3은 도 2의 중간제조물을 실시예 1의 친수성유지단계(단계 S120)인 열처리한 후 그 표면을 주사형 전자 현미경으로 촬영한 사진이다.

[0046] 도 3의 (a)는 도 2의 (a)를 공기 중에서 300℃로 3시간동안 열처리한 티타늄의 표면을 촬영한 사진이고, 도 3의 (b)는 도 2의 (b)를 동일한 조건에서 열처리한 티타늄의 표면을 촬영한 사진이며, 도 3의 (c)는 도 2의 (c)를 동일한 조건에서 열처리한 티타늄의 표면을 촬영한 사진이다.

[0047] 도 3을 참조하면, 친수성유지단계(단계 S120)의 열처리에 의해 티타늄 표면에 형성된 네트워크 구조가 유지되면서 다공성으로 변화한 것을 알 수 있다.

[0048] 도 4의 (a) 내지 (e)는 실시예 1에 따라, 티타늄을 수산화나트륨(NaOH)용액에 각각 0분, 10분, 30분, 60분 및 180분 동안 침지하고, 공기 중에서 300℃로 3시간동안 열처리한 후, 초순수 물(DI Water)을 한방울 떨어뜨리고 그 결과를 사진이다.

[0049] 도 4를 참조하면, 티타늄을 수산화나트륨(NaOH)용액에 180분 동안 침지하고, 공기 중에서 300℃로 3시간동안 열처리하면, 친수성이 크게 향상되는 것을 알 수 있다.

[0050] 도 5의 (a) 내지 (e)는 실시예 1에 따라, 티타늄을 수산화나트륨(NaOH)용액에 각각 0분, 10분, 30분, 60분 및 180분 동안 침지하고, 열처리를 수행하지 않은 군(도 5의 좌측열)과 공기 중에서 300℃로 3시간동안 열처리한 군(도 5의 우측열)에 대하여, 8일이 경과한 후에 각각 초순수 물(DI Water)을 한방울 떨어뜨리고 그 결과를 비교한 사진이다.

[0051] 도 5를 참조하면, 수산화나트륨(NaOH)용액에 180분 동안 침지하고, 공기 중에서 300℃로 3시간동안 열처리를 한

티타늄의 친수성이 오랫동안 유지됨을 알 수 있다.

[0052] 도 6은 본 발명에 의한 티타늄의 친수성 표면개질 방법에 대한 다른 일 실시예를 나타내는 흐름도이다.

[0053] 본 발명에 의한 티타늄의 친수성 표면개질 방법에 대한 다른 일 실시예는 도 6에 나타난 바와 같이, 기초구조물형성단계(단계 S210), 친수성형성단계(단계 S220) 및 친수성유지단계(단계 S230)를 포함한다.

[0054] 기초구조물형성단계(단계 S210)는 티타늄을 산성용액에 애칭하여 표면에 돌기형구조물을 형성한다.

[0055] 또한, 친수성형성단계(단계 S220)는 돌기형구조물이 형성된 티타늄을 알칼리용액에 침지하여, 티타늄의 돌기형구조물에 친수성 네트워크 구조를 형성한다.

[0056] 또한, 친수성유지단계(단계 S230)는 친수성 네트워크 구조가 형성된 티타늄을 열처리하여 친수성 네트워크 구조를 다공성 구조로 변화시킨다.

[0057] 실시예 2

[0058] 본 발명의 실시예 2에서 기초구조물형성단계(단계 S210)는 티타늄을 pH 1 이하의 산성용액에 애칭하여 표면에 돌기모양의 구조물을 형성한다.

[0059] 여기서, 산성용액은 황산, 염산 및 불산 중 적어도 하나를 포함한다.

[0060] 도 7은 실시예 2의 기초구조물형성단계(단계 S210) 및 친수성형성단계(단계 S220)에 의해 제조된 중간제조물의 표면을 주사형 전자 현미경으로 촬영한 사진이다.

[0061] 도 7의 (a)는 산성용액에 애칭하여 표면에 돌기모양의 구조물을 형성한 후 1M의 70℃ 수산화나트륨(NaOH)용액에 10분동안 침지한 티타늄의 표면을 촬영한 사진이고, 도 2의 (b)는 동일한 수산화나트륨용액에 1시간동안 침지한 티타늄의 표면을 촬영한 사진이며, 도 2의 (c)는 동일한 수산화나트륨용액에 2시간동안 침지한 티타늄의 표면을 촬영한 사진이다.

[0062] 도 8의 (a)는 도 7의 (a)를 공기 중에서 300℃로 3시간동안 열처리한 티타늄의 표면을 촬영한 사진이고, 도 8의 (b)는 도 7의 (b)를 동일한 조건에서 열처리한 티타늄의 표면을 촬영한 사진이며, 도 8의 (c)는 도 7의 (c)를 동일한 조건에서 열처리한 티타늄의 표면을 촬영한 사진이다.

[0063] 도 8을 참조하면, 기초구조물형성단계(단계 S210) 및 친수성형성단계(단계 S220)에 의해 보다 향상된 친수성을 갖는 네트워크 구조를 형성할 수 있으며, 친수성유지단계(단계 S230)의 열처리에 의해 티타늄 표면에 형성된 네트워크 구조가 유지되면서 다공성으로 변화한 것을 알 수 있다.

[0064] 도 9의 (a) 내지 (e)는 실시예 1에 따라, 티타늄을 수산화나트륨(NaOH)용액에 각각 0분, 10분, 30분, 60분 및 180분 동안 침지하고, 공기 중에서 300℃로 3시간동안 열처리한 후, 초순수 물(DI Water)을 한방울 떨어뜨리고 그 결과를 사진이다.

[0065] 도 9를 참조하면, 티타늄의 표면이 기초구조물형성단계(단계 S210)에 의해 형성된 돌기형구조물로 인해 도 4에 비하여 보다 어두워진 것을 알 수 있으며, 수산화나트륨(NaOH)용액에 동일한 시간으로 침지한 경우에 대하여 도 4와 비교하면 기초구조물형성단계(단계 S210)를 거친 티타늄의 친수성이 현저히 향상된 것을 알 수 있다.

[0066] 도 10의 (a) 내지 (e)는 실시예 2에 따라, 티타늄을 수산화나트륨(NaOH)용액에 각각 0분, 10분, 30분, 60분 및 180분 동안 침지하고, 열처리를 수행하지 않은 군(도 5의 좌측열)과 공기 중에서 300℃로 3시간동안 열처리한 군(도 5의 우측열)에 대하여, 8일이 경과한 후에 각각 초순수 물(DI Water)을 한방울 떨어뜨리고 그 결과를 비교한 사진이다.

[0067] 도 5를 참조하면, 수산화나트륨(NaOH)용액에 180분 동안 침지하고, 공기 중에서 300℃로 3시간동안 열처리를 한 티타늄의 친수성이 오랫동안 유지됨을 알 수 있다.

[0068] 도 11은 본 발명에 의한 티타늄의 친수성 표면개질 방법에 대한 또 다른 일 실시예를 나타내는 흐름도이다.

[0069] 본 발명에 따른 티타늄의 친수성 표면개질 방법의 또 다른 일 실시예는 도 11에 나타난 바와 같이, 나노튜브형

성단계(단계 S310) 및 친수성유지단계(단계 S320)를 포함한다.

[0070] 나노튜브형성단계(단계 S310)는 티타늄을 양극산화하여 티타늄의 표면에 산화티타늄(TiO2) 나노튜브를 형성한다.

[0071] 친수성유지단계(단계 S320)는 산화티타늄 나노튜브가 형성된 티타늄을 열처리하여 산화티타늄 나노튜브를 다공성 구조로 변화시킨다.

[0072] 실시예 3

[0073] 본 발명의 실시예 3에서 나노튜브형성단계(단계 S310)는, 양극기판 및 음극기판을 화학연마공정, 탈지공정 및 에칭공정을 통해 전처리하는 전처리단계(단계 S311), 양극기판, 음극기판, 수용액 전해질 및 플라스틱 재질의 반응조를 포함하는 셀을 준비하는 셀준비단계(단계 S312) 및 셀에 전압을 인가하여 양극산화반응을 일으키는 양극산화단계(단계 S313)를 포함한다.

[0074] 전처리단계(단계 S311)는 티타늄의 표면에 부착되어 있는 유지성(油脂性) 오염물질을 제거하여 깨끗이 하는 탈지공정과, 강한산, 강한알칼리 및 산화제와 같은 용액에 티타늄을 담가 표면을 광택의 평활한 면으로 만드는 화학연마공정을 적용하여 전처리를 수행한다.

[0075] 또한 셀준비단계(단계 S312)에서, 본 발명의 셀은 산화 티타늄 나노튜브가 성장될 양극기판으로는 순수 티타늄 또는 티타늄 합금이 사용되고, 티타늄 기판의 반대전극인 음극기판으로는 백금(Pt), 또는 흑연(graphite) 전극 등의 기판이 사용된다. 이러한 양극기판 및 음극기판은, 일반적으로 산에서 부식반응이 일어나지 않고 표면에서 전자전달이 우수한 전극재료라면 어느 것이나 사용할 수 있다. 또한, 수용액 전해질을 수용하는 반응조는 종래에는 유리 반응조를 사용했으나 본 발명에서는 테플론 욕조를 사용한다.

[0076] 또한, 본 발명에 따른 수용성 전해질은 물, 플루오르화수소(HF) 및 인산(H3PO4)을 포함하며, 플루오르화수소의 농도는 0.1 내지 0.5M이며 인산의 농도는 0.1 내지 10M이고, 수용성 전해질의 온도는 0℃ 내지 25℃이다.

[0077] 또한, 양극산화단계(단계 S313)는 셀에 1V 내지 25V의 전압을 인가하여 10시간 내지 20시간 동안 양극산화반응을 일으킨다.

[0078] 여기서, 플라스틱 반응조의 재질은 PVC, 아크릴, PTFE 및 공업용 플라스틱 중 어느 하나를 선택하여도 된다.

[0079] 도 11의 (a)는 0.3M의 플루오르화수소와 2M의 인산을 포함하는 20℃의 수용성 전해질을 이용하고 셀에 25V의 전압을 인가하여 1시간 동안 양극산화반응을 일으켜서 형성된 산화티타늄 나노튜브를 촬영한 사진이고, 도 11의 (b)는 동일한 조건에서 8시간 동안 양극산화반응을 일으켜서 형성된 산화티타늄 나노튜브를 촬영한 사진이며, 도 11의 (c)는 동일한 조건에서 16시간 동안 양극산화반응을 일으켜서 형성된 산화티타늄 나노튜브를 촬영한 사진이다.

[0080] 도 11을 참조하면, 산화티타늄 나노튜브는 양극산화반응 시간이 길어질수록 길이는 증가하고 지름은 유지되는 것을 알 수 있다. 다만, 양극산화반응 시간이 과도하게 오랫동안 지속될 경우, 나노튜브의 파손과 같은 문제가 발생할 수 있다.

[0081] 도 12의 (a) 내지 (f)는 실시예 3에 따라, 양극산화반응 시간을 각각 0시간, 1시간, 4시간, 8시간, 12시간 및 16시간 동안 수행하고, 6개월이 경과한 후에 각각 초순수 물(DI Water)을 한방울 떨어뜨리고 그 결과를 비교한 사진이다.

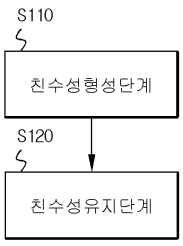
[0082] 도 12를 참조하면, 산화티타늄 나노튜브를 형성하는 양극산화반응 시간이 12시간 이상인 티타늄의 친수성이 현저히 오랫동안 유지됨을 알 수 있다.

[0083] 이상에서 본 발명에 의한 티타늄의 친수성 표면개질 방법에 대하여 설명하였다. 이러한 본 발명의 기술적 구성은 본 발명이 속하는 기술분야의 당업자가 본 발명의 그 기술적 사상이나 필수적 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다.

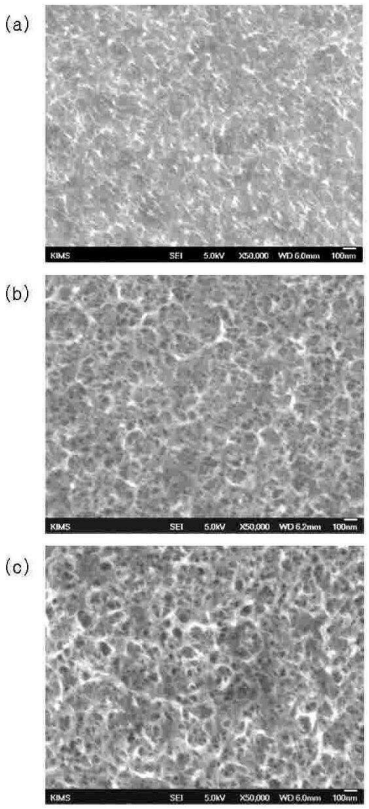
[0084] 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며, 한정적인 것이 아닌 것으로서 이해되어야 하고, 본 발명의 범위는 전술한 상세한 설명보다는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타내어지는 것이므로, 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 등가개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 한다.

도면

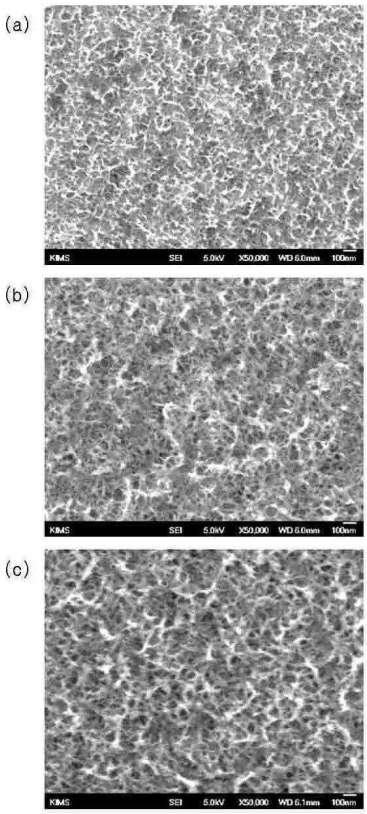
도면1



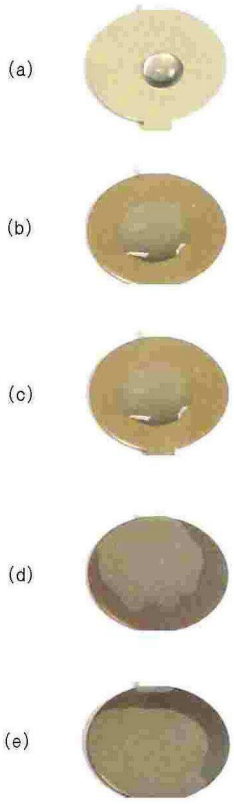
도면2



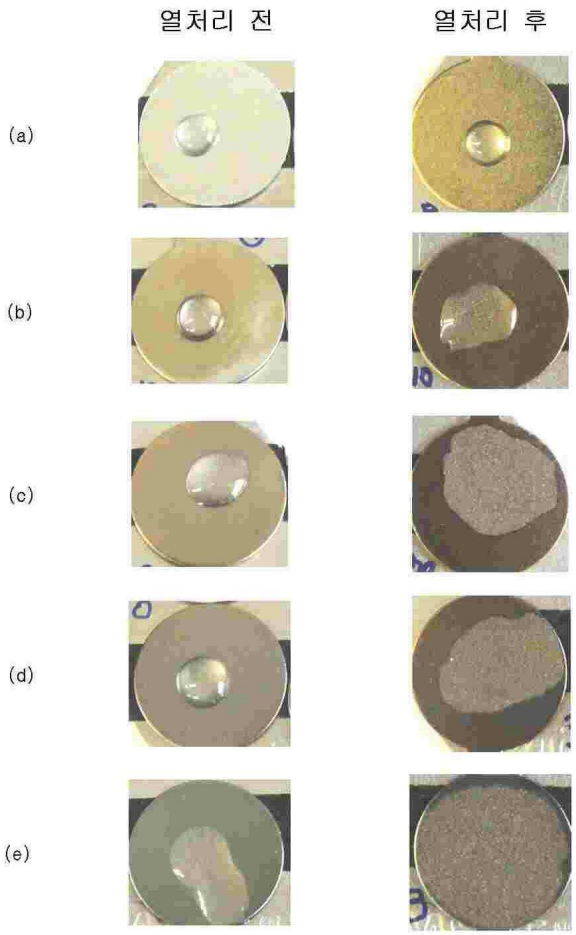
도면3



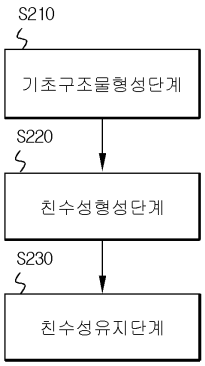
도면4



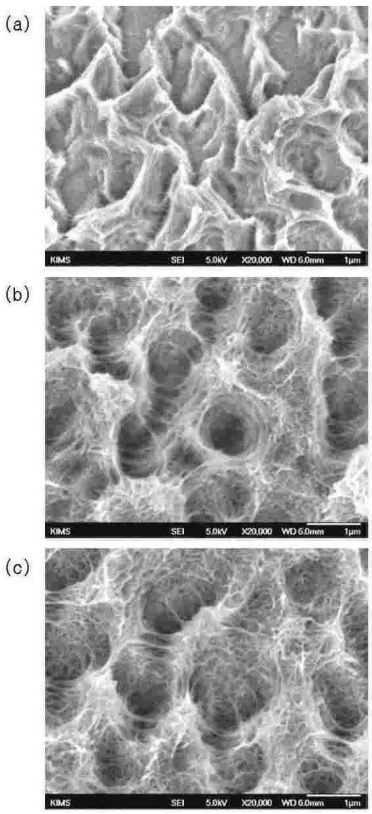
도면5



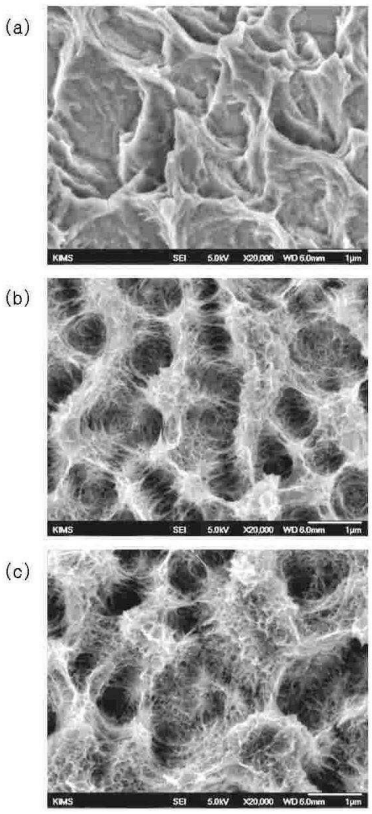
도면6



도면7


(a)
(b)
(c)
KIMS SEI 5.0kV X20,000 WD 6.0mm 1μm

도면8


(a)
(b)
(c)
KIMS SEI 5.0kV X20,000 WD 6.0mm 1μm

도면9

(a)



(b)



(c)



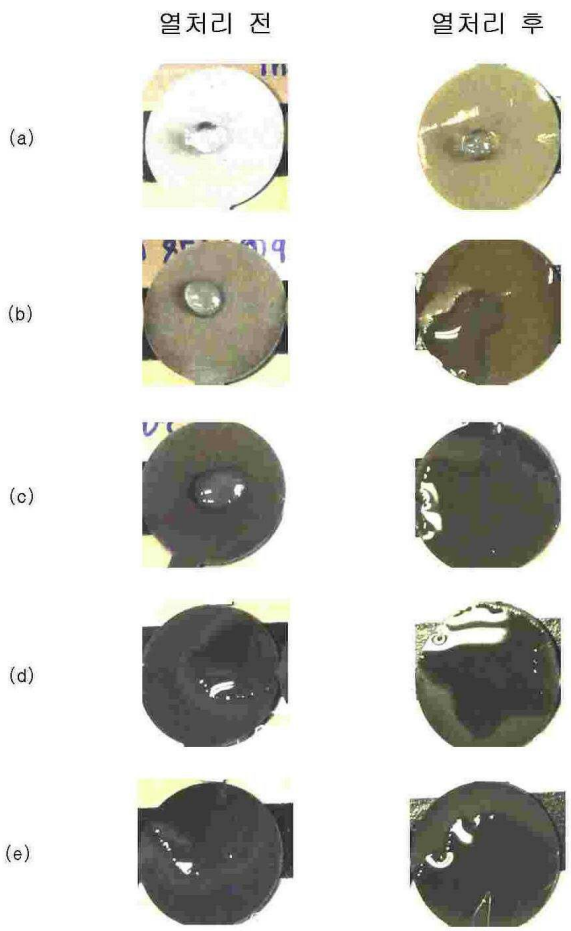
(d)



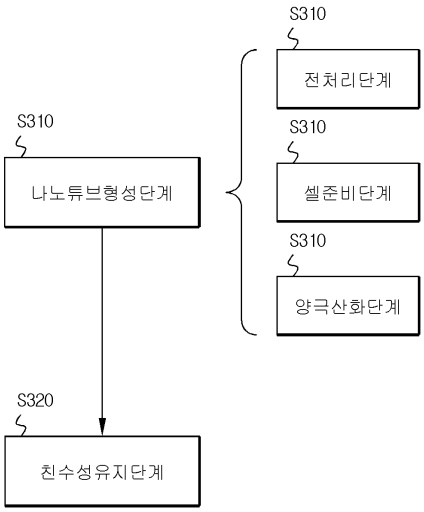
(e)



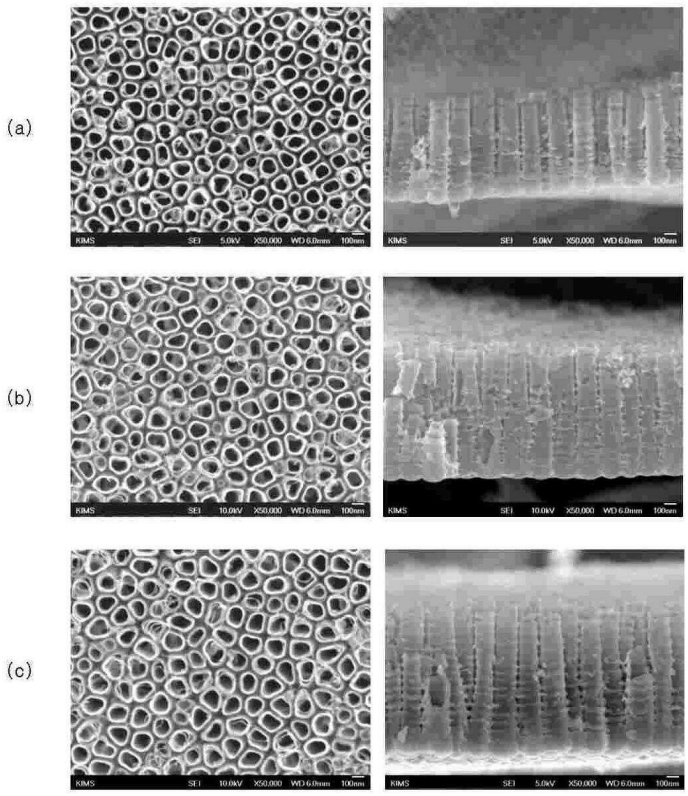
도면10


열처리 전
열처리 후
(a)
(b)
(c)
(d)
(e)

도면11


S310
전처리단계
S310
나노튜브형성단계
S310
셀준비단계
S310
양극산화단계
S320
친수성유지단계

도면12



도면13

