

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2009-0083171 (43) 공개일자 2009년08월03일
(51) Int. Cl. <i>C01B 31/04</i> (2006.01) <i>C01B 31/02</i> (2006.01) (21) 출원번호 10-2008-0009175 (22) 출원일자 2008년01월29일 심사청구일자 2008년01월29일	(71) 출원인 인하대학교 산학협력단 인천 남구 용현동 253 인하대학교 (72) 발명자 박수진 대전 유성구 도룡동 431-6 현대아파트 103-403 김병주 대전 중구 사정동 우남스타원아파트 103동 1002호 (74) 대리인 이은철, 유완식	

전체 청구항 수 : 총 9 항

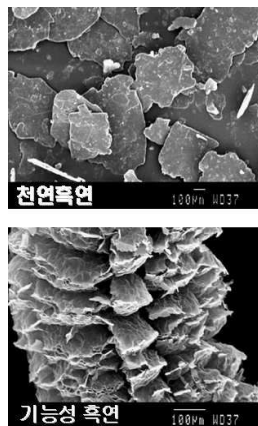
(54) 다공성 탄소 소재, 그의 제조방법 및 그의 수소저장체로서의 용도

(57) 요약

본 발명은 초미세 다공성 탄소 소재, 그의 제조방법 및 그의 용도들에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 산처리로 미세 기공을 부여한 기능성 탄소 소재 및 분말 또는 박편 형태의 흑연을 산처리하여 흑연층의 간격을 정밀하게 제어하는 과정으로 상기 다공성 탄소 소재를 얻는 제조방법 그리고 이를 고용량의 수소 저장체로 사용하는 용도에 관한 것이다.

본 발명의 기능성 탄소 소재는 특별한 열처리 공정이 필요 없이 고압 조건에서 수소를 고용량으로 저장할 수 있어, 수소자동차에 사용되는 수소 저장체 등으로 유용하게 응용될 수 있다

대 표 도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

(1) 흑연을 산처리하고; (2) 침적시켜 세척하는; 공정으로 흑연층 간격을 정밀하게 제어한 다공성 탄소 소재를 얻는 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 (1) 공정에서 상기 흑연은 분말 (powders) 또는 박편 (flakes) 형태의 흑연인 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 (1) 공정에서 사용되는 산 용액은 황산 (H_2SO_4), 질산 (HNO_3), 염산 (HCl), 인산 (H_2PO_4), 과산화 수소 (H_2O_2) 및 이들의 혼합용액 중에서 선택되는 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 4

제 3항에 있어서,

상기 황산 (H_2SO_4) 및 과산화수소 (H_2O_2)의 혼합용액에서 황산 : 과산화수소는 1 : 1 내지 9 : 1의 비율(w/w)로 조절되는 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 5

제 1항에 있어서

상기 (1) 공정에서 상기 산처리는 30분 내지 24시간 범위에서 실시하는 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 6

제 1항에 있어서

상기 (2) 공정에서 증류수를 사용하여 수회 내지 수십회 세척하되, 상기 증류수가 pH가 6.8 내지 7.0 범위인 것을 사용하는 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 흑연층 간격은 팽창율이 1 내지 150배 범위로 제어되는 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 8

제 1항에 있어서,

상기 다공성 탄소 소재의 제조 시, 열처리 공정을 배제하는 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 9

제 8항에 있어서,

상기 다공성 탄소 소재는 수소 저장체로 사용되는 것을 특징으로 하는 제조방법.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

- <1> 본 발명은 초미세 다공성 탄소 소재, 그의 제조방법 및 그의 용도들에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 산처리로 미세 기공을 부여한 기능성 탄소 소재 및 분말 또는 박편 형태의 흑연을 산처리하여 흑연층의 간격을 정밀하게 제어하는 과정으로 상기 다공성 탄소 소재를 얻는 제조방법 그리고 이를 고용량의 수소 저장체로 사용하는 용도에 관한 것이다.

배경 기술

- <2> 최근 산업이 고도화됨에 따라 화석 연료의 사용량이 현저하게 증가하게 되어 지구 온난화 등의 문제가 크게 대두되고 있다. 이에 따라 화석 연료를 대체할 수 있는 새로운 환경친화적인 에너지원의 개발이 절실히 요구되고 있는 실정이다. 현재 부각되고 있는 대체 에너지원으로는 태양열, 지열, 풍력 및 해양에너지 등을 포함한 자연 에너지와 물을 원료로 하는 수소에너지이다.
- <3> 현재까지 개발된 수소저장 방법으로는 액체수소저장방법, 기체수소저장방법, 그리고 수소저장합금의 형태로 저장하는 방법이 있다. 그러나, 이들 중 액체수소저장방법은 극저온의 온도가 필요하고, 수소저장합금의 경우는 가역적 수소 저장이 어려운 문제점을 가진다. 또한, 기체수소저장방법은 고압 수소가스를 사용할 경우 500기압 이상의 초고압이 필요하게 되어 안전한 수소 저장을 위한 상온저압 (100기압 이하) 수소저장기술이 필요한 단점을 가진다.
- <4> 한편 탄소 재료는 단일의 원소로 구성되어 있음에도 불구하고, 결합의 형태가 다양하고, 화학적 안정성, 전기 및 열전도성, 고강도, 고탄성을 그리고 생체친화성 등의 우수한 특성을 가진 우수한 물질이다. 또한, 기존의 수소저장방법과 비교하여 이에 사용하기에 안전하고 가벼울 뿐만 아니라 저장 비용이 낮은 장점이 있으며, 더 나아가 안정성이 높고 재활용이 가능하여 친환경적이라는 큰 장점도 가지고 있다.
- <5> 이외에도, 탄소 재료는 일련의 표면처리 과정을 거칠 경우 세라믹 및 금속과 비교할 수 없는 높은 수소 친화력을 가진 기능성 재료로 탈바꿈하는 특성도 가진다. 이렇게 형성된 기능성 탄소 재료는 수소 등과 같은 기체를 흡착하는 데 종래부터 사용되어 왔으며, 이러한 표면관능기 및 표면활성화점을 제어하는 고정으로 고기능성 수소 저장체로 변화하는 것이 가능하다.
- <6> 일반적으로 팽창 흑연 (Expanded graphite; EG)은 고온에서 층상 화합물 (Graphite intercalation compounds; GICs)을 빠르게 열처리하여 형성되는 탄소 재료이다. 이러한 팽창 흑연 (EG)은 압축성, 탄성, 열적 안정성, 그리고 부식 저항성 등과 같은 물성이 우수하여 가스켓, 봉인물질 및 열 절연체와 같은 구조재 및 전극 물질, 촉매 그리고 의료용 물질 등을 포함하는 다양한 기능성 물질로서 널리 응용되고 있다.
- <7> 또한, 팽창 흑연은 천연 흑연을 산처리와 층상 화합물의 열처리를 하는 경우 팽창과 함께 다공성 구조를 나타내게 된다. 이 층상간의 다공성은 커다란 비표면적을 제공하고, 이 때 표면에 대한 관능기 및 표면 형태학은 팽창 흑연의 물성에 있어서 매우 중요한 역할을 하게 된다. 예를 들어, 산소를 포함하는 관능기는 팽창 흑연의 흡착 특성에 큰 영향을 미친다. 또한 밀도가 작은 팽창 흑연은 분자 크기가 크고 약한 극성을 갖는 물질에 대해 특별히 좋은 흡수체로 알려져 왔고, 이로써 가스상 입자의 흡착체로서 팽창 흑연이 많이 연구되어 왔다.
- <8> 또한, 탄소를 이용한 수소 저장은 기존의 고압수소저장 및 액화수소저장에 비해서 안전할 뿐만 아니라 가격적으로도 저렴하며, 무엇보다 반응이 가역적이어서 반영구적으로 사용할 수 있다는 장점을 가진다. 그러나, 순수한 탄소 재료는 그 자체로는 수소 분자와의 친화력이 부족할 뿐만 아니라 수소 분자에 대한 탄소재료의 흡착에너지가 낮아 상온에서의 수소 저장은 기대에 크게 못 미치는 실정이다. 따라서, 기존의 탄소재료를 개질하여 수소 저장량을 크게 늘리고자 하는 연구가 다양하게 시도되어 왔다. 더 나아가, 팽창 흑연은 잘 발달된 다공성 구조와 표면관능기의 영향으로 수소 저장용 소재로서 높은 잠재성을 가진다고 판단된다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

- <9> 이에 본 발명자들은 새로운 수소 저장용 소재를 개발하기 위하여 계속 연구한 결과, 분말 또는 박편 형태의 흑연을 산처리하여 흑연의 팽창율을 제어하는 과정으로 초미세 다공성을 부여할 수 있는 것을 확인하고 이러한 산

처리 공정으로 흑연층 간격을 정밀 제어한 기능성 탄소 소재를 제조한 다음 이 다공성 탄소 소재가 별도의 열처리 공정이 없이도 고압 조건에서 고용량의 수소 저장체로 효과적으로 사용될 수 있는 점을 확인함으로써 본 발명을 성공적으로 완성하였다.

<10> 본 발명의 목적은 고용량의 수소 저장체로 사용될 수 있는 기능성 탄소 소재 및 이를 산처리 공정으로 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

과제 해결수단

<11> 이하 본 발명을 상세히 설명하면 다음과 같다.

<12> 본 발명은 수소 저장체로 사용될 수 있는 미세 다공성 탄소 소재를 제공한다.

<13> 구체적으로, 본 발명은 별도로 열처리 없이 산처리만으로 미세 또는/및 초미세 기공을 부여하여 고용량 수소 저장체로 사용될 수 있는 기능성 탄소 소재를 제공한다. 이 때 상기 다공성 탄소 소재의 흑연층 간격은 팽창율이 1 내지 150배 범위로 제어되는 것이 바람직하다.

<14> 또한, 본 발명은 분말 또는 박편 형태의 흑연을 산처리하여 흑연층의 간격을 정밀하게 제어하는 과정으로 미세 기공을 부여한 기능성 탄소 소재를 얻는 제조방법을 제공한다.

<15> 구체적으로, 본 발명은 (1) 흑연을 단일 또는 복합 산처리하고; (2) 이를 침적시킨 다음 세척하는; 공정으로 흑연층 간격을 정밀하게 제어하여 상기 다공성 탄소 소재를 얻는 제조방법을 제공한다.

<16> 본 발명의 제조방법에 있어서, 상기 다공성 탄소 소재가 수소 저장체 등으로 사용되는 경우라면 별도의 열처리 공정을 배제하는 것이 바람직하다.

<17> 본 발명에서는 기존의 상업화된 팽창 흑연과는 차별되게 열처리 공정을 사용하지 않는다. 실제로 열처리 공정이 팽창율을 더욱 증가시킬 수 있지만, 본 발명에서 개발된 재료가 매우 입자경이 작은 물질중의 한가지인 수소 가스의 저장용 목적으로 하기 때문에 흑연 층간에 부여되는 기공이 매우 작은 미세기공이어야 하며 이는 1차 산처리 공정을 통해 이러한 기공의 부여가 가능하다.

<18> 상기 (1) 공정에서 상기 흑연으로는 모든 형태의 흑연이 사용 가능하지만, 분말 (powders) 및/또는 박편 (flakes) 형태의 흑연을 사용하는 것이 바람직하다. 또한, 상기에서 사용되는 산 용액은 황산 (H_2SO_4), 질산 (HNO_3), 염산 (HCl), 인산 (H_3PO_4), 과산화수소 (H_2O_2) 및 이들의 혼합용액 중에서 선택되는 것이 바람직하고, 상기 황산 (H_2SO_4) 및 과산화수소 (H_2O_2)의 혼합용액을 사용하는 경우 황산 : 과산화수소는 1 : 1 내지 9 : 1의 비율(w/w)로 조절되는 것이 바람직하다. 또한, 상기 산처리는 30분 내지 24시간 범위에서 실시되는 것이 바람직하고, 12시간 내외의 범위에서 실시되는 것은 더욱 바람직하다.

<19> 또한, 상기 (2) 공정에서는 증류수를 사용하여 수회 내지 수십회 세척하는 것이 바람직하고, 상기 증류수는 pH가 6.8 내지 7.0 범위인 것을 사용하는 것이 바람직하다.

<20> 또한 본 발명의 제조방법에 있어서, 상기 흑연층 간격은 팽창율이 1 내지 150배 범위로 제어되는 것이 바람직하다.

효과

<21> 상술한 바와 같이, 본 발명은 산처리로 초미세 기공을 부여한 기능성 탄소 소재 및 분말 또는 박편 형태의 흑연을 산처리하여 흑연층의 간격을 정밀하게 제어하는 과정으로 다공성 탄소 소재를 얻는 제조방법 그리고 이를 고용량의 수소 저장체로 사용하는 용도에 관한 것으로서, 본 발명의 기능성 탄소 소재는 특별한 열처리 공정이 필요 없이 100기압 이상의 고압 조건에서 수소를 고용량으로 저장할 수 있어 수소자동차에 사용되는 수소 저장체의 소재 등으로 널리 사용될 수 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

<22> 이하, 실험예 및 실시예에 의하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다.

<23> 단, 하기 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.

<24> **실험예 1. 흑연 층간 증대율의 측정 (배)**

<25> 본 발명에서 제조된 기능성 흑연의 물질성으로서 흑연 층간 증대율을 다음과 같이 측정하였다. 원재료인 천연 흑연 1 g의 부피와 이를 산처리시킨 후의 부피를 메스실린더를 사용하여 비교 측정하고, 단위 무게 당 부피의 비를 계산하여 흑연 층간 증대율을 측정하였다.

<26> **실험예 2. 수소 저장 용량의 측정 (wt.%)**

<27> 본 발명의 기능성 흑연의 수소 저장 용량을 측정하기 위하여, 각 흑연 샘플을 온도 573K에서 잔류 압력을 10^{-3} torr 이하로 유지한 상태로 6 시간 동안 탈기시켰다. 그 다음 BEL-HP 기기 (BEL Japan)를 이용하여 온도 298K 및 100 기압의 조건 하에서 수소 저장 용량을 측정하였다. 수소저장측정방식으로는 스텝-바이-스텝 (step-by-step) 방식을 사용하였으며, 1회 평균 시료량은 0.5 g으로 정하여 실시하였다.

<28> **실시예 1. 다공성 탄소 소재의 제조 I**

<29> 본 발명의 다공성 탄소 소재를 제조하기 위하여, 천연 흑연 10 g을 순수한 황산용액 1 ℓ에 침적시키고 이를 다시 12시간 동안 방치하여 흑연층 간격이 제어된 기능성 흑연을 제조하였다. 이와 같이 제조된 기능성 흑연은 증류수를 사용하여 세척액의 pH가 7이 될 때까지 세척한 다음, 온도 120℃로 설정된 건조기에서 24시간동안 건조시킨 후 데시케이터에서 보관하였다. 상기와 같이 제조된 기능성 흑연에서 각각 흑연 층간 증대율 및 수소 저장값을 측정하고 그 결과를 하기 표 1 및 표 2에 나타내었다.

<30> **실시예 2. 다공성 탄소 소재의 제조 II**

<31> 본 발명의 다공성 탄소 소재를 제조하기 위하여, 천연 흑연 10 g을 순수한 질산용액 1 ℓ에 침적시키고 이를 다시 12시간 동안 방치하여 흑연층 간격이 제어된 기능성 흑연을 제조하였다. 이와 같이 제조된 기능성 흑연은 증류수를 사용하여 세척액의 pH가 7이 될 때까지 세척한 다음, 온도 120℃로 설정된 건조기에서 24시간동안 건조시킨 후 데시케이터에서 보관하였다. 상기와 같이 제조된 기능성 흑연에서 각각 흑연 층간 증대율 및 수소 저장값을 측정하고 그 결과를 하기 표 1 및 표 2에 나타내었다.

<32> **실시예 3. 다공성 탄소 소재의 제조 III**

<33> 본 발명의 다공성 탄소 소재를 제조하기 위하여, 천연 흑연 10 g을 순수한 염산용액 1 ℓ에 침적시키고 이를 다시 12시간 동안 방치하여 흑연층 간격이 제어된 기능성 흑연을 제조하였다. 이와 같이 제조된 기능성 흑연은 증류수를 사용하여 세척액의 pH가 7이 될 때까지 세척한 다음, 온도 120℃로 설정된 건조기에서 24시간동안 건조시킨 후 데시케이터에서 보관하였다. 상기와 같이 제조된 기능성 흑연에서 각각 흑연 층간 증대율 및 수소 저장값을 측정하고 그 결과를 하기 표 1 및 표 2에 나타내었다.

<34> **실시예 4. 다공성 탄소 소재의 제조 IV**

<35> 본 발명의 다공성 탄소 소재를 제조하기 위하여, 천연 흑연 10 g을 순수한 인산용액 1 ℓ에 침적시키고 이를 다시 12시간 동안 방치하여 흑연층 간격이 제어된 기능성 흑연을 제조하였다. 이와 같이 제조된 기능성 흑연은 증류수를 사용하여 세척액의 pH가 7이 될 때까지 세척한 다음, 온도 120℃로 설정된 건조기에서 24시간동안 건조시킨 후 데시케이터에서 보관하였다. 상기와 같이 제조된 기능성 흑연에서 각각 흑연 층간 증대율 및 수소 저장값을 측정하고 그 결과를 하기 표 1 및 표 2에 나타내었다.

<36> **실시예 5. 다공성 탄소 소재의 제조 V**

<37> 본 발명의 다공성 탄소 소재를 제조하기 위하여, 천연흑연 10 g을 순수한 황산 500 cc 및 질산 500 cc 혼합용액에 침적시키고 이를 다시 12시간 동안 방치하여 흑연층 간격이 제어된 기능성 흑연을 제조하였다. 이와 같이 제조된 기능성 흑연은 증류수를 사용하여 세척액의 pH가 7이 될 때까지 세척한 다음, 온도 120℃로 설정된 건조기에서 24시간 동안 건조시킨 후 데시케이터에서 보관하였다. 상기와 같이 제조된 기능성 흑연에서 흑연 층간 증대율 및 수소 저장값을 각각 측정하고 그 결과를 하기 표 1과 표 2에 나타내었다.

<38> **실시예 6. 다공성 탄소 소재의 제조 VI**

<39> 본 발명의 다공성 탄소 소재를 제조하기 위하여, 천연흑연 10 g을 순수한 황산 500 cc 및 염산 500 cc 혼합용액에 침적시키고 이를 다시 12시간 동안 방치하여 흑연층 간격이 제어된 기능성 흑연을 제조하였다. 이와 같이 제조된 기능성 흑연은 증류수를 사용하여 세척액의 pH가 7이 될 때까지 세척한 다음, 온도 120℃로 설정된 건조기에서 24시간 동안 건조시킨 후 데시케이터에서 보관하였다. 상기와 같이 제조된 기능성 흑연에서 흑연 층간

증대율 및 수소 저장값을 각각 측정하고 그 결과를 하기 표 1과 표 2에 나타내었다.

<40> **실시예 7. 다공성 탄소 소재의 제조 VII**

<41> 본 발명의 다공성 탄소 소재를 제조하기 위하여, 천연흑연 10 g을 순수한 황산 500 cc 및 인산 500 cc 혼합용액에 침적시키고 이를 다시 12시간 동안 방치하여 흑연층 간격이 제어된 기능성 흑연을 제조하였다. 이와 같이 제조된 기능성 흑연은 증류수를 사용하여 세척액의 pH가 7이 될 때까지 세척한 다음, 온도 120℃로 설정된 건조기에서 24시간 동안 건조시킨 후 데시케이터에서 보관하였다. 상기와 같이 제조된 기능성 흑연에서 흑연 층간 증대율 및 수소 저장값을 각각 측정하고 그 결과를 하기 표 1과 표 2에 나타내었다.

<42> **실시예 8. 다공성 탄소 소재의 제조 VIII**

<43> 본 발명의 다공성 탄소 소재를 제조하기 위하여, 천연흑연 10 g을 순수한 황산 500 cc 및 과산화수소 500 cc 혼합용액에 침적시키고 이를 다시 12시간 동안 방치하여 흑연층 간격이 제어된 기능성 흑연을 제조하였다. 이와 같이 제조된 기능성 흑연은 증류수를 사용하여 세척액의 pH가 7이 될 때까지 세척한 다음, 온도 120℃로 설정된 건조기에서 24시간 동안 건조시킨 후 데시케이터에서 보관하였다. 상기와 같이 제조된 기능성 흑연에서 흑연 층간 증대율 및 수소 저장값을 각각 측정하고 그 결과를 하기 표 1과 표 2에 나타내었다.

<44> **실시예 9. 다공성 탄소 소재의 제조 IX**

<45> 본 발명의 다공성 탄소 소재를 제조하기 위하여, 천연흑연 10 g을 순수한 질산 500 cc 및 과산화수소 500 cc 혼합용액에 침적시키고 이를 다시 12시간 동안 방치하여 흑연층 간격이 제어된 기능성 흑연을 제조하였다. 이와 같이 제조된 기능성 흑연은 증류수를 사용하여 세척액의 pH가 7이 될 때까지 세척한 다음, 온도 120℃로 설정된 건조기에서 24시간 동안 건조시킨 후 데시케이터에서 보관하였다. 상기와 같이 제조된 기능성 흑연에서 흑연 층간 증대율 및 수소 저장값을 각각 측정하고 그 결과를 하기 표 1과 표 2에 나타내었다.

<46> **실시예 10. 다공성 탄소 소재의 제조 X**

<47> 본 발명의 다공성 탄소 소재를 제조하기 위하여, 천연 흑연 10 g을 순수한 염산 500 cc 및 과산화수소 500 cc 혼합용액에 침적시키고 이를 다시 12시간 동안 방치하여 흑연층 간격이 제어된 기능성 흑연을 제조하였다. 이와 같이 제조된 기능성 흑연은 증류수를 사용하여 세척액의 pH가 7이 될 때까지 세척한 다음, 온도 120℃로 설정된 건조기에서 24시간 동안 건조시킨 후 데시케이터에서 보관하였다. 상기와 같이 제조된 기능성 흑연에서 흑연 층간 증대율 및 수소 저장값을 각각 측정하고 그 결과를 하기 표 1과 표 2에 나타내었다.

<48> **실시예 11. 다공성 탄소 소재의 제조 ?**

<49> 본 발명의 다공성 탄소 소재를 제조하기 위하여, 천연흑연 10 g을 순수한 인산 500 cc 및 과산화수소 500 cc 혼합용액에 침적시키고 이를 다시 12시간 동안 방치하여 흑연층 간격이 제어된 기능성 흑연을 제조하였다. 이와 같이 제조된 기능성 흑연은 증류수를 사용하여 세척액의 pH가 7이 될 때까지 세척한 다음, 온도 120℃로 설정된 건조기에서 24시간 동안 건조시킨 후 데시케이터에서 보관하였다. 상기와 같이 제조된 기능성 흑연에서 흑연 층간 증대율 및 수소 저장값을 각각 측정하고 그 결과를 하기 표 1과 표 2에 나타내었다.

<50> **실시예 12. 다공성 탄소 소재의 제조 ?**

<51> 본 발명의 다공성 탄소 소재를 제조하기 위하여, 천연흑연 10 g을 순수한 황산 900 cc 및 과산화수소 100 cc 혼합용액에 침적시키고 이를 다시 12시간 동안 방치하여 흑연층 간격이 제어된 기능성 흑연을 제조하였다. 이와 같이 제조된 기능성 흑연은 증류수를 사용하여 세척액의 pH가 7이 될 때까지 세척한 다음, 온도 120℃로 설정된 건조기에서 24시간 동안 건조시킨 후 데시케이터에서 보관하였다. 상기와 같이 제조된 기능성 흑연에서 흑연 층간 증대율 및 수소 저장값을 각각 측정하고 그 결과를 하기 표 1과 표 2에 나타내었다.

<52> **실시예 13. 다공성 탄소 소재의 제조 XIII**

<53> 본 발명의 다공성 탄소 소재를 제조하기 위하여, 천연흑연 10 g을 순수한 황산 800 cc 및 과산화수소 200 cc 혼합용액에 침적시키고 이를 다시 12시간 동안 방치하여 흑연층 간격이 제어된 기능성 흑연을 제조하였다. 이와 같이 제조된 기능성 흑연은 증류수를 사용하여 세척액의 pH가 7이 될 때까지 세척한 다음, 온도 120℃로 설정된 건조기에서 24시간 동안 건조시킨 후 데시케이터에서 보관하였다. 상기와 같이 제조된 기능성 흑연에서 흑연 층간 증대율 및 수소 저장값을 각각 측정하고 그 결과를 하기 표 1과 표 2에 나타내었다.

<54> **실시예 14. 다공성 탄소 소재의 제조 XIV**

<55> 본 발명의 다공성 탄소 소재를 제조하기 위하여, 천연흑연 10 g을 순수한 황산 600 cc 및 과산화수소 400 cc 혼합용액에 침적시키고 이를 다시 12시간 동안 방치하여 흑연층 간격이 제어된 기능성 흑연을 제조하였다. 이와 같이 제조된 기능성 흑연은 증류수를 사용하여 세척액의 pH가 7이 될 때까지 세척한 다음, 온도 120℃로 설정된 건조기에서 24시간 동안 건조시킨 후 테시케이터에서 보관하였다. 상기와 같이 제조된 기능성 흑연에서 흑연 층간 증대율 및 수소 저장값을 각각 측정하고 그 결과를 하기 표 1과 표 2에 나타내었다.

표 1

<56> 본 발명에 따른 기능성 흑연의 부피 흑연층 간격 증대율

실시예	흑연 층간 증대율(배)
1	50
2	40
3	20
4	15
5	65
6	70
7	80
8	65
9	60
10	35
11	20
12	130
13	150
14	110

<57> 단, 상기 결과는 10회 이상 반복하여 측정한 평균값이다.

표 2

<58> 본 발명에 따른 기능성 흑연의 상온 100 bar 수소 저장값

실시예	수소 저장값(wt%)
1	2.5
2	2.0
3	1.2
4	1.0
5	3.5
6	4.0
7	4.5
8	3.2
9	3.0
10	1.5
11	1.3
12	6.1
13	5.7
14	6.3

<59> 단, 상기 결과는 10회 이상 반복하여 측정한 평균값이다.

<60> 상기와 같이 제조한 흑연 층간 증대율이 제어된 기능성 흑연은 그 층간 증대율 정도에 따라 높은 수소 저장에 유도되었다. 그러나 과도하게 증대율이 증가된 경우, 수소 저장값이 도리어 감소되는 것이 확인되었으며, 이는 과도하게 증대율이 증가된 경우 기능성 흑연에 부여되는 초미세기공의 기공경 증대에 따른 초미세 가스입자인 수소의 저장값의 감소를 일으킨 것으로 사료되었다. 따라서, 적절한 층간 증대율을 부여할 경우 최적화된 수소

저장값의 확보와 함께 수소자동차용 수소저장 소재로서 높은 응용이 가능할 수 있을 것으로 기대된다.

도면의 간단한 설명

<61> 도 1은 본 발명에서 사용한 천연 흑연 및 본 발명의 실시예 1에서 제조한 기능성 흑연의 주사전자현미경 (SEM) 사진을 나타낸 것이다.

도면

도면1

