

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)(11) 공개번호 10-2024-0125768
(43) 공개일자 2024년08월20일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C01B 32/162 (2017.01) B01J 21/10 (2006.01)
B01J 23/74 (2006.01) B01J 23/88 (2006.01)
B01J 37/08 (2006.01) C10G 1/10 (2006.01)
C10J 3/46 (2006.01) H01M 10/052 (2010.01)
H01M 4/131 (2010.01) H01M 4/525 (2010.01)
H01M 4/62 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C01B 32/162 (2017.08)
B01J 21/10 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2023-0017736

(22) 출원일자 2023년02월10일

심사청구일자 2023년02월10일

(71) 출원인

울산과학기술원

울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50

(72) 발명자

안광진

울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50 울산과
학기술원

남언우

울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50 울산과
학기술원

(74) 대리인

특허법인태백

전체 청구항 수 : 총 20 항

(54) 발명의 명칭 폐플라스틱으로부터 합성한 배터리 도전재용 탄소나노튜브의 합성방법

(57) 요약

본 발명은 폐플라스틱으로부터 합성한 배터리 도전재용 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법에 관한 것으로, 상기 합성 방법은 열분해 및 화학기상증착을 통하여 버려지는 플라스틱 폐기물로부터 고부가가치를 갖는 탄소나노튜브(CNT)를 생산하고, 이를 리튬이온 배터리의 양극용 도전재로 활용함으로써, 상용 도전재 물질인 카본블랙(Super P)보다 우수한 배터리 도전재 성능을 나타내어, 폐플라스틱으로부터 탄소나노튜브(CNT)를 생산하여 배터리 양극의 우수한 도전재로 활용할 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

B01J 23/74 (2013.01)
B01J 23/88 (2013.01)
B01J 37/082 (2013.01)
C10G 1/10 (2013.01)
C10J 3/463 (2013.01)
H01M 4/131 (2013.01)
H01M 4/525 (2013.01)
H01M 4/623 (2013.01)
H01M 4/625 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1415179914
과제번호	20010853
부처명	산업통상자원부
과제관리(전문)기관명	한국산업기술평가관리원
연구사업명	전략핵심소재자립화기술개발
연구과제명	천연가스로부터 고결정성전도성 흑연구조를 갖는 탄소소재 개발
기 여 율	50/100
과제수행기관명	(주)제이오
연구기간	2022.01.01 ~ 2022.12.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711158021
과제번호	2020R1A5A1019631
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	집단연구지원
연구과제명	미세플라스틱 대응 화공/바이오 융합 공정 연구센터
기 여 율	50/100
과제수행기관명	울산과학기술원
연구기간	2022.03.01 ~ 2023.02.28

명세서

청구범위

청구항 1

폐플라스틱의 열분해를 통해 가스를 생산하는 제 1단계; 및

화학기상증착방법으로 상기 가스를 이용하여 촉매로부터 탄소나노튜브(CNT)를 성장시키는 제 2단계;를 포함하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 폐플라스틱은 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리스티렌, 폴리카보네이트, 폴리염화비닐, 폴리우레탄, 합성섬유, 레진, 고무, 폐지, 목질계 바이오매스로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상을 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 열분해는 공급 시스템, 예열기, 유동층 반응기, 원심력 집진장치 및 응축기를 포함하는 장치를 이용하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법.

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 열분해를 통해 생성된 가스는 공급가스인 N_2 가 대부분이고, CH_4 , C_2H_4 및 C_3H_6 로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상의 가스가 주성분인 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 열분해는 300~800 °C에서 1~2시간 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 제 2단계에서 촉매는 산화마그네슘(MgO) 담지체에 Fe, Mo 및 Co로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상의 금속촉매가 담지되어 있는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법.

청구항 7

제 6 항에 있어서,

상기 금속촉매는 하기 물비를 가지는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법:

$$Fe : Mo : Co = x : y : z$$

(상기에서, $1 \leq x \leq 5$, $5 \leq y \leq 25$, 및 $50 \leq z \leq 250$ 임).

청구항 8

제 1 항에 있어서,

상기 촉매는 연소법으로 제조되는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법.

청구항 9

제 8 항에 있어서,

상기 연소법은 금속 전구체가 산화제로 사용되고, 무수 시트르산이 연료로 사용되는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법.

청구항 10

제 9 항에 있어서,

상기 금속 전구체는 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 및 $\text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 으로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상인 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법.

청구항 11

제 8 항에 있어서,

상기 연소법은 550~750 °C에서 30~60분 동안 하소를 수행하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법.

청구항 12

제 1항에 있어서,

상기 제 2단계의 탄소나노튜브(CNT)의 성장은 700~900 °C에서 수행되는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법.

청구항 13

제 1항에 있어서,

상기 제 2단계의 탄소나노튜브(CNT)는 1~20 nm인 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법.

청구항 14

제 1 항에 있어서,

상기 제 2단계의 탄소나노튜브(CNT)는 0.26 내지 0.29의 I_D/I_G ratio를 갖는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법.

청구항 15

제 1 항에 있어서,

상기 제 2단계 반응 후, 촉매에 포함되어있는 상기 탄소나노튜브(CNT)를 정제하고, 양극판의 도전재로 사용하여 제조한 코인 셀 배터리의 전기화학적 성질을 측정 및 비교하는 배터리의 성능을 평가를 제 3단계를 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법.

청구항 16

제 15항에 있어서,

상기 양극판은 NCM 811 활물질, PVDF 혼합 분산액 및 탄소물질을 혼합하여 제조하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법.

청구항 17

제 16항에 있어서,

상기 탄소물질은 탄소나노튜브(CNT) 또는 카본블랙 (Super P)인 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법.

청구항 18

제 1 항 내지 제 17항 중 어느 한 항의 제조방법에 따라 제조된 탄소나노튜브(CNT)를 포함하는 배터리 도전재.

청구항 19

제 1 항 내지 제 17항 중 어느 한 항의 제조방법에 따라 제조된 탄소나노튜브(CNT)를 포함하는 배터리용 양극판.

청구항 20

제 19항의 양극판, 분리막, 액체 전해질 및 음극 리튬 호일을 포함하는 코인 셀 배터리.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 페플라스틱으로부터 합성한 배터리 도전재용 탄소나노튜브의 합성방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 플라스틱은 열과 압력을 가해 형태를 변화시킬 수 있는 유기 고분자 화합물을 의미하며, 석유화학 기반의 원료 물질을 통해 생산된다. 지난 반세기 동안 인구 증가뿐만 아니라 석유 화학 공정 기술의 발달과 함께 플라스틱의 생산 및 소비량은 지속적으로 증가하고 있는 추세이다. 2018년을 기준으로 전 세계의 플라스틱 생산량은 3억 6 천만 톤에 달하며, 이는 향후 20년 이내에 두 배 이상이 될 것으로 예상되고 있다. 막대한 양의 플라스틱 폐기 물은 난분해성으로 인해 심각한 환경문제를 유발하며, 이를 처리하기 위한 소각과 매립 방식은 각각 대기와 토 양의 오염을 초래하기 때문에, 이를 친환경적으로 처리할 수 있는 방식인 재활용에 대한 필요성은 더욱 높아지 고 있다.

[0003] 페플라스틱 재활용은 기계적, 화학적 크게 두 가지 방식으로 진행될 수 있다. 현재 대부분의 재활용은 기계적 방식으로 진행되고 있으며, 세척 및 선별 등 단순한 물리적 처리를 거쳐 통해 재생 플라스틱을 얻는 것을 목 적으로 수행되고 있다. 해당 방식은 친환경적이며 간단한 방법으로 진행되지만, 생산품의 품질이 저하되며 오염 및 혼합된 플라스틱에 적용하기 어렵다는 문제점이 있다. 반면, 화학적 재활용은 열적 전환을 통해 페플라스틱 을 저분자의 물질로 분해하여 연료 또는 각종 화합물의 원료물질을 얻을 수 있는 처리 방식으로 탄소중립 및 순 환경제 측면에서 유용하다. 화학적 재활용 방식 중에서 가장 많이 사용되고 있는 열분해 기술은 무산소 및 고온 조건에서 플라스틱을 분해하여 열분해유 및 탄화수소 가스를 얻을 수 있는 기술이다. 또한, 해당 기술은 이산화 탄소의 발생을 최소화하기 때문에, 환경보호 측면에서 보다 유리한 기술이다.

[0004] 페플라스틱의 열분해를 통해 생성된 메탄, 에틸렌, 아세틸렌 등의 탄화수소 가스는 고부가가치의 탄소물질인 탄 소나노튜브(Carbon nanotube; CNT)의 합성을 위한 원료로 이용될 수 있다. 탄소나노튜브(CNT)는 높은 열 및 전 기 전도성과 우수한 기계적 강도로 인해 산업계에 널리 응용되어 왔다. 탄소나노튜브(CNT)를 합성하기 위해 저 렵하고 우수한 활성을 보이는 니켈(Ni), 코발트(Co) 그리고 철(Fe) 기반 촉매들이 많이 이용되고 있지만, 고온 에서 쉽게 응집되고 촉매 활성이 감소한다는 문제점이 있다. 이를 해결하기 위한 방안으로, 상기 금속 촉매에 몰리브덴(Mo)을 첨가하면 촉매의 고온 안정성 및 활성을 향상시킬 수 있다.

[0005] 탄소나노튜브(CNT)는 리튬이온 배터리의 양극용 도전재로 최근 높은 관심을 받고 있다. 도전재는 활물질 사이를 전기적으로 연결하여 전자의 이동을 촉진시키는 물질이다. 배터리의 성능을 향상시키기 위해서는 배터리의 용량 을 결정하는 양극 활물질의 양을 극대화하는 것이 필요하다. 현재 상용화된 도전재인 카본블랙(Super P)을 높은 중형비 및 우수한 전기 전도성을 가진 탄소나노튜브(CNT)로 대체한다면, 도전재의 부피를 줄임과 동시에 활물질 의 양을 늘림으로써, 배터리 성능을 향상시킬 수 있다.

[0006] 따라서, 각종 환경오염을 유발하는 페플라스틱의 저감 및 활용을 위해 이산화탄소의 배출을 최소화하는 열분해 기술을 이용할 필요가 있으며, 이 과정에서 생산된 탄화수소 가스를 이용하여 탄소나노튜브(CNT)를 합성하고, 이를 우수한 성능의 배터리 도전재로 적용하여 배터리 산업에 적용할 수 있는 페플라스틱의 새로운 활용 방안이 요구되고 있는 실정이다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허 제10-2022-0137134호.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명의 목적은 폐플라스틱으로부터 열분해 및 화학기상증착법을 통해 고부가가치의 탄소물질인 탄소나노튜브(CNT)의 합성 방법을 제공하는 데에 있다.

[0009] 본 발명의 다른 목적은 철 또는 코발트 폴리리튬 합금 기반 촉매를 이용하여 폐플라스틱 열분해 가스로부터 생산한 탄소나노튜브(CNT)를 포함하는 배터리 도전재 또는 양극판을 제공하는 데에 있다.

[0010] 본 발명의 또 다른 목적은 배터리용 도전재를 포함하는 양극판, 셀가드(Celgard) 분리막, 액체 전해질 및 음극 리튬 호일을 포함하는 코인 셀 배터리를 제공하는 데에 있다.

과제의 해결 수단

[0011] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 폐플라스틱의 열분해를 통해 가스를 생산하는 제 1단계; 및 화학기상 증착법으로 상기 가스를 이용하여 촉매로부터 탄소나노튜브(CNT)를 성장시키는 제 2단계를 포함하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법을 제공한다.

[0012] 또한, 본 발명은 상기 제조방법에 따라 제조된 탄소나노튜브(CNT)를 포함하는 배터리 도전재 및 배터리용 양극판을 제공한다.

[0013] 또한, 본 발명은 상기 양극판, 셀가드(Celgard) 분리막, 액체 전해질 및 음극 리튬 호일을 포함하는 코인 셀 배터리를 제공한다.

발명의 효과

[0014] 본 발명에 따른 탄소나노튜브(CNT)의 합성방법은 열분해 및 화학기상증착을 통하여 버려지는 플라스틱 폐기물로부터 고부가가치를 갖는 탄소나노튜브(CNT)를 생산하고, 이를 리튬이온 배터리의 양극용 도전재로 활용하여 상용 도전재 물질인 카본블랙(Super P)보다 우수한 배터리 도전재 성능을 보임을 확인함에 따라, 폐플라스틱으로부터 탄소나노튜브(CNT)를 생산하여 배터리 양극의 우수한 도전재로 활용할 수 있는 이점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0015] 도 1은 플라스틱 폐기물인 페마스크로부터 탄소나노튜브(CNT)를 생산하고, 이를 리튬이온 배터리의 양극용 도전재로 적용하는 과정을 나타내는 모식도이다.

도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 폐플라스틱의 열분해를 위한 장치를 나타내는 도면이다.

도 3은 반응 전 · 후 촉매의 주사전자현미경(SEM) 이미지이다.

도 4는 사용된 촉매 및 시료의 무게 대비 탄소 수율을 비교한 그래프이다.

도 5는 반응 후 촉매의 저배율 및 고배율의 투과전자현미경(TEM) 이미지이다.

도 6은 반응 후 촉매에서 관찰되는 탄소나노튜브(CNT)에 대한 직경 분포를 나타낸 그래프이다.

도 7은 반응 전 · 후 촉매의 X-선 회절 분석(XRD) 결과를 나타낸 그래프이다.

도 8은 반응 후 촉매의 라만 분광 분석(Raman spectroscopy) 결과를 나타내는 그래프이다.

도 9는 반응 후 촉매의 열중량분석(TGA) 및 시차 열중량분석(DTG) 결과를 나타내는 그래프이다.

도 10은 정제과정을 거친 탄소나노튜브(CNT) 및 카본블랙(Super P)를 양극용 도전재로 적용한 배터리의 성능 분석 결과를 나타내는 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0016] 이하, 본 발명에 대해 상세하게 서술한다.
- [0018] 본 발명자들은 열분해 및 화학기상증착을 통하여 버려지는 폐플라스틱 중 하나인 마스크로부터 고부가가치를 갖는 탄소나노튜브(CNT)를 생산하고, 이를 리튬이온 배터리의 양극용 도전재로 활용함으로써, 상용 도전재 물질인 카본블랙(Super P)보다 우수한 배터리 도전재 성능을 보이는 것을 확인함에 따라, 본 발명을 완성하였다. 도 1은 플라스틱 폐기물인 폐마스크로부터 탄소나노튜브(CNT)를 생산하고, 이를 리튬이온 배터리의 양극용 도전재로 적용하는 과정을 나타내는 모식도로, 본 발명의 전반적인 내용을 포함하고 있다.
- [0020] 본 발명은 폐플라스틱의 열분해를 통해 가스를 생산하는 제 1단계; 및 화학기상증착방법으로 상기 가스를 이용하여 촉매로부터 탄소나노튜브(CNT)를 성장시키는 제 2단계를 포함하는 탄소나노튜브(CNT)의 합성 방법을 제공한다.
- [0021] 상기 폐플라스틱으로 폴리프로필렌, 폴리에틸렌, 폴리스티렌, 폴리카보네이트, 폴리염화비닐, 폴리우레탄 등의 플라스틱뿐만 아니라 합성섬유, 레진, 고무, 폐지, 목질계 바이오매스 등의 폐기물도 적용이 가능하며, 2 이상의 상기 폐플라스틱이 혼합된 고형 연료(Solid recovered fuel; SRF)도 적용이 가능하나, 이제 제한되는 것은 아니다.
- [0022] 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 폐플라스틱의 열분해를 위한 장치를 나타내는 도면이다. 도 2를 참고하면, 상기 열분해는 공급 시스템(20, 21, 22), 예열기(10), 유동층 반응기(11), 원심력 집진장치(12) 및 응축기(13)를 포함하는 장치를 이용하는 것일 수 있다.
- [0023] 상기 공급시스템(20, 21, 22)은 시료 저장고(20), 상부와 하부에 존재하는 스크류 형태의 두 개의 주입기(21, 22)로 구성되며, 시료의 주입 시, 원활한 공급을 위해 시료와 함께 질소를 지속적으로 주입시키는 것일 수 있다. 상기 과정에서 질소는 시료의 공급을 보호해줄 뿐만 아니라, 두 개의 주입기(21, 22)의 과열을 막음으로써, 시료가 열에 의해 연화되어 주입 속도가 불규칙해지는 것을 방지하는 것일 수 있다.
- [0024] 또한, 열분해 공정을 위해 유동층 반응기 내부(11)에도 지속적인 질소의 공급이 요구되며, 이 과정에서 고온에서 분해중인 시료가 상온의 질소와 접촉하게 되면 고형화되기 때문에 주입되는 시료가 역류하는 문제가 발생할 수 있다. 이를 방지하기 위해 유동층 반응기 내부(11)로 질소가 공급되기 전에 우선적으로 예열기(10)를 거쳐 질소의 온도를 높이는 과정을 수행하는 것일 수 있다.
- [0025] 폐플라스틱 열분해의 생성물에서 가스뿐만 아니라 액체인 타르, 숯과 같은 고체 물질도 존재하기 때문에 원심력 집진장치(12)를 통해 생성물로부터 고체 물질들을 분리하고, 원심력 집진 장치(12)를 거친 가스 생성물과 함께 존재하는 타르를 제거하기 위해 영하 -20℃의 부동액이 담긴 응축기(13)을 통해 분리하는 과정을 수행하는 것일 수 있다.
- [0026] 추가적으로, 타르의 고형화에 의한 장비 손상을 막기 위해 예열기(10)부터 원심력 집진 장치(12)까지의 두 연결관(110, 111)은 타르의 응축 온도 이상인 300℃로 유지하였으며, 상기 과정을 모두 거친 가스는 조성 분석 및 저장을 실시하는 것일 수 있다. 테드라 가스 샘플링 백(30)을 사용하여 열분해 가스의 일부를 포집하고 가스 크로마토그래피를 통해 가스의 조성을 분석하였고, 상기 과정들을 거친 최종적인 폐마스크 열분해 가스의 조성 분석 결과는 하기 [표 1]에 작성하였다.

표 1

	열분해 가스 부피 조성비(%)
수소(H ₂)	2.2
일산화탄소(CO)	0.5
이산화탄소(CO ₂)	0.1
메탄(CH ₄)	4.2
아세틸렌(C ₂ H ₂)	0.1
에틸렌(C ₂ H ₄)	5.1

에탄(C_2H_6)	0.2
프로필렌(C_3H_6)	3.3
질소(N_2)	84.3
합계	100

- [0028] 상기 열분해를 통해 생성된 가스는 공급가스인 N_2 가 대부분이고, CH_4 , C_2H_4 , C_3H_6 으로 이루어진 군에서 1종 이상의 가스가 주성분일 수 있다. 상기 [표 1]를 통해 페마스크 시료의 열분해 수행 결과, 공급 가스인 N_2 를 제외하면 탄소나노튜브(CNT) 성장에 적합한 탄화수소 가스인 CH_4 , C_2H_4 및 C_3H_6 이 주성분으로 생성됨을 알 수 있으며, 상기 조성을 가지는 열분해 가스를 벤트 라인(112)을 거쳐 고무 저장 용기(31)에 1차적으로 보관한 후, 가스 실린더(32)에 고압으로 주입하여 저장하는 것일 수 있다.
- [0029] 상기 제 1단계에서 페플라스틱의 열분해는 1 kg/h급 실험실 규모의 유동층 반응기에서 수행되는 것일 수 있다. 상기 열분해는 300 내지 800℃에서 1~2시간 동안 수행될 수 있으며, 생성물로 고체인 숯, 액체인 타르 그리고 가스가 발생하는 것일 수 있다. 열분해 반응 온도가 높아짐에 따라 생성물 내의 가스의 비중이 증가하기 때문에 높은 수율의 가스 생성물을 얻기 위하여, 특히 800℃에서 페플라스틱의 열분해를 1시간 동안 수행하는 것일 수 있다.
- [0030] 상기 제 2단계에서 탄소나노튜브(CNT)가 합성된 후, 염산 용액을 통해 탄소나노튜브(CNT)와 함께 존재하는 금속 성분을 용이하게 제거하기 위해 촉매의 담지체로 산화마그네슘(MgO)을 사용할 수 있고, 산화마그네슘(MgO) 외의 알루미늄, 실리카, 카본 등의 담지체 및 기타 다른 금속 산화물도 담지체로 이용할 수 있다. 또한, Fe, Mo, Co 뿐만 아니라 Ni 혹은 이를 조합한 이중금속 또한 촉매로 이용될 수 있다.
- [0031] 특히, 상기 제 2단계에서 촉매는 산화마그네슘(MgO) 담지체에 Fe, Mo, Co 중에 하나 이상 선택된 금속 촉매가 담지되어 있는 것일 수 있으며, 상기 금속촉매는 하기 몰비를 가지는 것일 수 있다.
- [0032] $Fe : Mo : Co = x : y : z$ (상기에서, $1 \leq x \leq 5$, $5 \leq y \leq 25$, 및 $50 \leq z \leq 250$ 임).
- [0033] 상기 촉매는 연소법으로 제조되는 것일 수 있다. 상기 연소법은 금속 전구체가 산화제로 사용되고, 무수 시트르산(citric acid anhydrous)이 연료로 사용되는 것일 수 있으며, 산화제와 연료 물질 사이의 산화·환원 발열반응을 통해 산화물 형태의 촉매를 제조하는 방법일 수 있다.
- [0034] 상기 금속 전구체는 $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$, $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 및 $Co(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ 으로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0035] 또한, 상기 연소법은 550~750 ℃에서 30분 동안 하소를 수행하는 것일 수 있다.
- [0036] 상기 2단계에서 페플라스틱의 열분해 가스로부터 화학기상증착방법을 통한 탄소나노튜브(CNT) 생산은 수평형 화학기상증착 반응기를 이용하는 것일 수 있다. 탄소나노튜브(CNT) 성장의 원료인 메탄, 에틸렌, 프로필렌 등의 탄화수소 가스 중에서 메탄이 가장 안정적이며, 이를 효과적으로 분해하기 위해 높은 온도가 요구될 수 있다. 촉매조건 하에서 메탄의 분해를 통한 탄소나노튜브(CNT) 성장은 700 내지 900℃에서 수행될 수 있으며, 반응 온도가 높아짐에 따라 분해되는 메탄의 비율이 증가하여 탄소나노튜브(CNT)의 수율이 증가하기 때문에, 900℃에서 1시간 동안 페마스크 열분해 가스로부터 탄소나노튜브(CNT) 성장을 시도하는 것일 수 있다.
- [0037] 이 때, 상기 탄소나노튜브(CNT)는 1~20 nm인 것일 수 있고, 바람직하게는 1 내지 12 nm 일 수 있다. 또한, 0.26 내지 0.29의 I_D/I_G ratio를 갖는 것일 수 있다.
- [0038] 상기 제 2단계 이후, 반응 후 촉매에 포함되어 있는 상기 탄소나노튜브(CNT)를 정제하고, 양극판의 도전재로 사용하여 제조한 코인 셀 배터리의 성능을 평가하는 제 3단계를 추가로 포함할 수 있다.
- [0039] 상기 양극판은 NCM 811 활물질, PVDF 혼합 분산액 및 탄소물질을 혼합하여 제조하는데 바람직하게는 알루미늄 호일에 주조시켜 제조하는 것일 수 있다.
- [0040] 상기 탄소물질은 탄소나노튜브(CNT) 또는 카본블랙(Super P)일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0041] 또한, 본 발명은 상기 제조방법에 따라 제조된 탄소나노튜브(CNT)를 배터리 도전재 및 배터리용 양극판을 제공한다.

[0042] 추가로, 본 발명은 상기 양극판, Celgard 분리막, 액체 전해질 및 음극 리튬 호일을 포함하는 코인 셀 배터리를 제공한다.

[0044] 이하에서는 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위한 것으로, 본 발명의 요지에 따라 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되지 않는다는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진 자에 있어서 자명할 것이다.

[0046] <실시예 1> 유동층 반응기를 통한 페플라스틱의 열분해 반응 및 가스 생산

[0047] 페플라스틱의 열분해는 대기압 및 800℃의 반응 온도 조건하에서 1 kg/h급 실험실 규모(지름 0.107 m, 높이 1 m)의 유동층 반응기에서 별도의 촉매 없이 수행되었다. 본격적인 열분해 반응의 수행에 앞서, 반응기 내부로부터 0.2 m의 높이까지 규사(silica sand)를 채운 뒤에, 외부 히터를 통해 예열기를 300℃로 가열하였다. 이후, 예열기, 반응기, 원심력 집진장치 사이의 모든 연결관은 라인 히터를 사용하여 300° C 이상의 온도로 가열하고 유지시켰으며, 냉각기를 사용하여 부동액이 담긴 응축기의 온도를 -20° C로 유지시켰다. 다음으로, 질소를 가스 질량흐름 조절기(mass flow controller)를 이용하여 10 L/min의 속도로 반응기의 하부에서 상부로 공급시켰다. 지속적인 질소의 공급과 함께 반응기 내부의 온도를 외부 히터를 사용하여 800℃로 가열한 후에, 삽입된 열전쌍(thermocouple)을 통해 반응기 내부의 온도를 확인하였다. 반응기 내부의 온도가 안정화된 후에, 하부 스크류 공급기의 회전 속도를 최대 속도인 30 Hz로 설정하여 4.2 g/min의 일정한 속도로 시료를 주입시켰다. 800° C에서 1시간 동안 250 g의 펠릿 형태의 페마스크 시료를 15 L/min의 추가적인 질소 공급과 함께 주입시켜 열분해 반응을 수행하였다.

[0049] <실시예 2> 페플라스틱 열분해 가스의 조성 분석 및 저장

[0050] 원심력 집진장치 및 응축기를 거친 열분해 가스의 일부는 테드라 가스 샘플링 백(Teddlar bag)을 사용하여 포집하였다. 포집된 가스는 조성 분석을 위해 가스 크로마토그래피-열전도도 검출기(Gas chromatography-thermal conductivity detector; GC-TCD)를 이용하여 검출하였다. 분석에 사용되는 일부의 가스를 제외한 나머지의 열분해 가스는 우선적으로 고무 저장용기에 채워 저장하였다. 그 후, 저장된 가스를 자동 급수장치(booster pump system)를 통해 9 bar의 압력으로 10 L 부피의 가스실린더에 저장하였다.

[0052] <실시예 3> 연소법을 통한 CoMo/MgO 촉매의 제조

[0053] 500 mL 용량의 비커에 200 mL의 증류수 넣고 교반가열기를 통해 90℃로 가열하고 50 g의 질산마그네슘 6수화물($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)를 넣고 교반시킨 후, 용해시켰다. 다음으로, 0.224 g의 몰리브덴산암모늄 4수화물($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)을 넣은 뒤, 20 g의 무수 시트르산(Citric acid anhydrous)을 첨가하여 교반시켜 30분간 용해시켰다. 이후, 100 mL 용량의 비커를 준비하고 50mL의 증류수를 넣고 90℃로 가열시킨 뒤, 2.52 g의 질산코발트 6수화물($\text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)를 용해하였다. 100 mL의 비커에 담긴 용액을 기존의 혼합물이 담긴 500 mL의 비커에 첨가한 후, 80℃로 가열하여 10분간 교반하였다. 다음으로, 스테인리스 용기에 상기 내용물을 옮긴 후 박스형 가열기에 넣은 후, 공기 분위기에서 750℃에서 30분간 하소하였다. 마지막으로, 가열기가 상온까지 식은 뒤, 스테인리스 용기를 꺼내고 촉매를 회수하여 분쇄하였다.

[0055] <실시예 4> 연소법을 통한 FeMo/MgO 촉매의 제조

[0056] $\text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 대신 0.64 g의 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 를 사용한 것, 1.39 g의 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 을 사용한 것과 하소 단계를 550℃로 수행되는 것 외에는 실시예 3과 같은 방법으로 수행되었다.

[0058] <실시예 5> CoMo/MgO를 이용한 페플라스틱 열분해 가스로부터 탄소나노튜브(CNT) 합성

- [0059] 상기 실시예 2의 열분해 가스가 저장된 가스실린더를 수평형 화학기상증착 반응기에 연결하였다. 다음으로, 실시예 3의 촉매 0.5 g을 알루미늄 세라믹 보트에 넣고 반응기 내부 중앙에 두었다. 다음으로, 촉매에 대한 별도의 전처리 없이 1 L/min의 속도로 아르곤을 주입하면서 20℃/min으로 900℃까지 가열하였다. 온도가 안정화된 후에, 1시간 동안 1.5 L/min의 속도로 열분해 가스를 공급하여 탄소나노튜브(CNT) 성장 반응을 수행하였다. 반응이 끝난 후, 열분해 가스의 공급을 중단하고 다시 아르곤을 1 L/min의 속도로 공급하여 반응기를 식힌 후, 탄소나노튜브(CNT) 성장 반응 후 촉매를 회수하여 무게를 측정하여 탄소 수율을 계산하였다.
- [0061] <실시예 6> FeMo/MgO를 이용한 폐플라스틱 열분해 가스로부터 탄소나노튜브(CNT) 합성
- [0062] 상기 실시예 4의 촉매를 사용한 것 외에는 실시예 5와 같은 방법으로 수행되었다.
- [0064] <실시예 7> 촉매 제거를 위한 탄소나노튜브(CNT)의 정제
- [0065] 상기 실시예 5와 6의 반응 후 촉매를 각각 500 mL 용량의 비커에 넣은 후, 교반하면서 200 mL의 증류수를 천천히 넣어주었다. 다음으로, 상기 비커에 127 mL의 염산 용액(35~37%)을 추가하고 2시간 동안 교반시킨 뒤, 진공 필터를 통해 정제된 탄소나노튜브(CNT)를 중성이 될 때까지 증류수로 세척하였다. 그 후, 110℃의 오븐에서 24시간 동안 건조시킨 후, 정제 과정을 거쳐 촉매가 제거된 두 종의 탄소나노튜브(CNT)를 수득하였다.
- [0067] <실시예 8> PVDF 바인더 분산액 제조
- [0068] Polyvinylidene fluoride(PVDF, 평균 분자량(M_w)-530,000)를 80℃의 진공오븐에서 2시간 동안 건조시켰다. 다음으로, 유기 용매인 N-메틸-2-피롤리돈(N-Methyl-2-pyrrolidone, NMP)에 4시간 동안 질소를 흘려주었다. 그 후, 1 g의 PVDF를 9 g의 NMP에 넣고 상온에서 이틀간 교반시켜 10 wt%의 PVDF 분산액을 제조하였다.
- [0070] <실시예 9> 탄소물질과 PVDF 바인더의 혼합 분산액 제조
- [0071] 상기 실시예 8의 분산액과 상기 실시예 7의 정제된 CNT 또는 카본블랙(Super P) 0.5 g을 균질기를 통해 6000 rpm으로 30분 동안 교반시켜 탄소물질과 PVDF 바인더의 혼합 분산액을 제조하였으며, 균질기의 교반은 용액의 과열을 방지하기 위해 얼음 수조에서 수행하였다.
- [0073] <실시예 10> NCM811/Carbon/PVDF 양극 슬러리 제조
- [0074] 활물질로 사용되는 NCM 811($\text{LiNi}_{0.8}\text{Co}_{0.1}\text{Mn}_{0.1}\text{O}_2$) 8.5g을 상기 실시예 9의 분산액에 첨가한 뒤, 얼음 수조에서 균질기를 통해 7,000 rpm의 속도로 20분 간 교반하였다. 다음으로, 상기 혼합물은 3롤밀에 의해 50 rpm의 밀링 속도로 10분간 분산되었으며, 첫 번째와 두 번째 롤 사이의 간격 및 두 번째와 세 번째 롤 사이의 간격은 각각 0.04 mm 와 0.12 mm로 설정하였다.
- [0076] <실시예 11> 양극 슬러리의 주조 및 건조를 통한 양극판 제조
- [0077] 상기 실시예 10의 양극 슬러리는 닥터 블레이드를 사용하여 20 μm 두께의 알루미늄 호일에 주조되었으며 60℃ 오븐에서 24시간 동안 건조시켰다. 다음으로, 균일한 두께의 슬러리를 제조하기 위해서 건조된 슬러리를 롤 프레스를 이용하여 추가로 압축하고 80℃의 진공 오븐에서 24시간 동안 건조하였다.
- [0079] <실시예 12> 코인 셀 배터리 제조
- [0080] 상기 실시예 11의 양극판을 펀칭기를 이용하여 14 ϕ 의 크기로 절단하고, 아르곤 분위기에서 상기의 양극판, Celgard 분리막, 액체 전해질 그리고 음극 리튬 호일을 조립하여 2032 타입의 코인 셀 배터리를 제조하였다. 전기화학적 성능을 측정하기 앞서, 상기 코인 셀 배터리는 24시간 동안 글러브 박스에 보관되었다.

- [0082] <실험예 1> 투과전자현미경(Scanning electron microscopy, SEM)을 이용한 형태 분석법
- [0083] 반응 전·후 촉매의 형상 비교 및 탄소나노튜브(CNT)의 성장을 확인하기 위해 Hitachi 사의 S-4800 저온 주사 현미경을 이용하였다. 분석을 위해 반응 전 후 촉매는 카본 테이프에 접착하여 고정시켰으며, Hitachi 사의 ion sputter로 진공처리 및 2분 동안의 Pt 코팅 과정을 거친 뒤 SEM 이미지를 얻었다.
- [0084] 도 3은 반응 전·후 촉매의 주사전자현미경(SEM) 이미지이다. 실시예 3와 4에서 제조된 반응 전 촉매들은 각각 F-CoMo와 F-FeMo로 표현하였으며, 상기 촉매들에 대한 실시예 5 내지 6의 탄소나노튜브(CNT) 성장 반응 후의 촉매들을 각각 S-FeMo와 S-CoMo로 표현하였다. 도 3를 참고하면, 각각의 촉매로부터 탄소나노튜브(CNT)의 합성이 성공적으로 이루어졌음을 알 수 있었다. 또한, SEM 이미지 상으로는 각각의 촉매로부터 성장한 CNT의 직경은 큰 차이가 없음을 확인하였다. 뿐만 아니라, S-CoMo에 비해 S-FeMo에서 관찰되는 탄소나노튜브(CNT)의 양이 상대적으로 더 많은 것을 알 수 있었다.
- [0085] 도 4는 사용된 촉매 및 시료의 무게 대비 탄소 수율을 비교한 그래프이다. 도 4를 참고하면, S-CoMo에 비해 S-FeMo이 촉매 및 시료의 무게 대비 탄소 수율 모두 5배 이상 높음을 확인할 수 있었다. 결과적으로, 도 3과 4를 통해 CoMo/MgO보다 FeMo/MgO가 탄소 수율 측면에서 우수한 촉매적 성능을 보임을 알 수 있었다.
- [0087] <실험예 2> 투과전자현미경(Transmission electron microscopy, TEM)을 이용한 탄소나노튜브(CNT)의 형상 분석
- [0088] 생성된 탄소나노튜브(CNT)의 크기와 형태를 파악하기 위해 JEOL 사의 JEM-1400 바이오 투과전자현미경을 이용하였으며, 반응 후 촉매를 에탄올에 분산시킨 용액을 폼바(formvar)막과 탄소(carbon)막으로 코팅된 구리 그리드에 떨어뜨려 건조시킨 후, TEM 이미지를 얻었다.
- [0089] 도 5는 반응 후 촉매의 저배율 및 고배율의 투과전자현미경(TEM) 이미지이다. 도 5를 참고하면, S-CoMo에서 3 nm 정도의 직경을 가지는 소량의 탄소벽으로 구성된 탄소나노튜브(CNT)가 주로 관찰됨을 알 수 있었다. 반면, S-FeMo에서 5 nm 정도의 직경을 가지는 다중 탄소벽으로 구성된 탄소나노튜브(Multi-walled CNT)가 주로 관찰됨을 알 수 있었다.
- [0090] 도 6은 반응 후 촉매에서 관찰되는 탄소나노튜브(CNT)에 대한 직경 분포를 나타낸 그래프이다. 도 6을 참고하면, S-CoMo에서 1 내지 4 nm의 직경을 갖는 탄소나노튜브(CNT)들이 주로 관찰되며, 평균 직경은 3.21 nm 인 것을 확인할 수 있었다. 반면, S-FeMo에서 4 내지 12 nm의 직경을 갖는 탄소나노튜브(CNT)가 주로 관찰되었으며, 평균 직경은 6.36 nm인 것을 확인하였다. 도 5와 6을 통해, CoMo/MgO가 FeMo/MgO에 비해 저직경 및 직경의 균일도 측면에서 우수한 탄소나노튜브(CNT)의 생산에 적합함을 알 수 있었다.
- [0092] <실험예 3> X-ray 회절 분석(XRD)을 이용한 반응 전 촉매의 구조 분석
- [0093] 반응 전·후 촉매들의 화학적 구조 및 결정구조를 파악하기 위해 Rigaku 사의 MAX 2500 high power X-ray diffractometer(HP-XRD)를 이용하였으며, CuK α 파장($K=1.5406 \text{ \AA}$)으로 $5^\circ/\text{min}$ 의 scan rate 및 10 내지 80° 의 2θ 범위에서 측정하였다.
- [0094] 도 7은 반응 전·후 촉매의 X-ray 회절 분석(XRD) 결과를 나타낸 그래프이다. 도 7을 참고하면, 반응 전의 두 촉매는 공통적으로 5개의 MgO 피크가 관찰되지만, F-CoMo는 F-FeMo에 비해 상대적으로 높은 세기의 MgO를 보임을 알 수 있었다. 이는 두 촉매의 제조 과정에서 소성 온도의 차이에 의해 기인한 것으로 판단되며, F-CoMo가 상대적으로 고온에서 합성이 진행되었기 때문에 더 높은 결정성을 나타내는 더 높은 세기의 MgO 피크들이 관찰되었다. 또한, F-CoMo에서 Co 또는 Mo와 관련된 피크들이 관찰되지 않았으며, FeMo/MgO에서 매우 낮은 세기 MoMgO_4 피크가 관찰되었다. 이를 통해 상기 합성법을 통해 제조된 두 촉매 모두 금속 입자들이 고분산되어 있음을 알 수 있었다. 반응 후 촉매들에 대한 XRD 피크를 통해, S-CoMo에 비해 S-FeMo에서 높은 세기의 흑연 탄소 피크가 관찰되었다. 이는 S-FeMo에서 탄소나노튜브(CNT)와 같이 결정성이 높은 카본물질이 상대적으로 많이 생성되었음을 의미하며, 이는 도 3의 SEM 분석 결과와 일치함을 알 수 있었다.
- [0096] <실험예 4> 라만 분광법(Raman spectroscopy)을 이용한 생성된 탄소나노튜브(CNT) 특성 분석

[0097] 생성된 탄소나노튜브(CNT)의 특성을 파악하기 위해 532 nm 다이오드 레이저가 장착된 WITec사의 alpha300 R 분광 분석기를 이용하였으며, 레이저 세기는 1 mW로 고정하였으며, 10 초간 10 회 축적의 CCD를 통해 라만 스펙트럼을 얻었다.

[0098] 도 8은 반응 후 촉매의 라만 분광 분석(Raman spectroscopy) 결과를 나타내는 그래프이다. 해당 분석을 통해 탄소나노튜브(CNT)의 구조적 특성을 파악할 수 있으며, 100 내지 300 cm^{-1} 의 범위에서 나타나는 RBM(Radical breathing mode) 피크는 한 겹 또는 두 겹의 탄소벽으로 구성된 저직경의 탄소나노튜브(CNT)의 존재에 의해 나타났다. 도 8을 참고하면, S-CoMo 및 S-FeMo에서 확인할 수 있는 RBM 피크의 존재를 통해, 두 촉매로부터 성장된 탄소물질에서 단일벽 또는 이중벽 탄소벽으로 이루어진 고품질 탄소나노튜브(CNT)가 존재함을 알 수 있었다. 한편, 1350 cm^{-1} 부근에서 관찰되는 D-band 피크는 탄소의 구조적 불균일함 및 비정질 탄소의 존재에 의해 나타나며, 1580 cm^{-1} 부근에서 나타나는 G-band는 그래핀 형태의 탄소 벽의 존재에 의해 나타나는 피크인데, G-band에 대한 D-band의 세기를 나타내는 I_D/I_G ratio를 통해 탄소나노튜브(CNT)의 품질을 파악할 수 있는 구조적 결함에 대한 정량적 평가를 할 수 있었다. S-FeMo는 0.29 정도의 I_D/I_G ratio를 보인 반면, S-CoMo는 0.26 정도의 I_D/I_G ratio를 갖는 것을 통해 CoMo/MgO에서 성장한 탄소나노튜브(CNT)가 FeMo/MgO에서 성장한 것에 비해 보다 결함이 적은 탄소나노튜브(CNT)가 생성되지만, 수치적으로 보았을 때 유사한 품질을 가짐을 알 수 있었다.

[0100] <실험예 5> 열중량 분석(TGA)을 통한 탄소나노튜브(CNT) 순도 측정

[0101] 반응 후 촉매에 존재하는 비정질 탄소의 함량 및 탄소나노튜브(CNT)의 비율을 파악하기 위해 TA사의 TGA 5500를 이용하였으며, 50 mL/min의 속도로 공기를 공급하면서 상온에서 800℃까지 10℃/min의 속도로 가열함으로써, 반응 후 촉매의 중량 변화를 확인하였다.

[0102] 도 9는 반응 후 촉매의 열중량분석(TGA) 및 시차 열중량분석(DTG) 결과를 나타내는 그래프이다. 상기 분석을 통해, 탄소 수율뿐만 아니라 특정 온도에서 산화되어 감소하는 중량을 통해 탄소물질의 종류를 파악할 수 있었다. 도 9a를 참고하면, 감소한 질량을 통해 S-CoMo에서 49.6%만큼의 탄소물질이 존재하며, S-FeMo에서 85.5%만큼의 탄소물질이 존재함을 알 수 있었다. 이는 CoMo/MgO로부터 해당 촉매의 질량 정도의 탄소물질이 생성되었으며, FeMo/MgO로부터 촉매 질량 대비 6배 정도의 탄소물질 생성되었음을 알 수 있었다. 이러한 결과는 도 4의 탄소 수율 그래프의 결과와 유사한 경향성을 보여주었고, 카본물질에 대한 DTG 그래프에서 520℃와 620℃ 근처에서 나타나는 피크는 각각 비정질 탄소와 탄소나노튜브(CNT)의 산화에 의해 발생하는 것으로 알 수 있었다. 도 9b를 참고하면, S-CoMo와 S-FeMo는 520℃ 근처에서 발견되는 피크 없이 각각 626℃와 663℃에서 나타나는 하나의 피크를 갖는 것을 확인할 수 있었다. 두 촉매들로부터 성장한 탄소물질은 탄소나노튜브(CNT) 위주임을 알 수 있었다. 뿐만 아니라, 520℃ 이하에서 발생하는 중량 감소는 비정질 탄소에 산화에 의한 것으로 감안하여 계산하였을 때, S-CoMo는 7.7%의 비정질 탄소와 93.4 %의 탄소나노튜브(CNT)가 존재하며, S-FeMo는 4.4%의 비정질 탄소와 95.6 %의 탄소나노튜브(CNT)로 구성된 카본 물질을 포함하는 것을 알 수 있었다. 이를 통해, S-FeMo에서 상대적으로 높은 비율의 탄소나노튜브(CNT)가 존재한다는 것을 알 수 있었다.

[0104] <실험예 6> 탄소나노튜브(CNT) 기반 양극의 전기화학적 성능 측정

[0105] 정제된 탄소나노튜브(CNT) 및 카본블랙(Super P)를 양극용 도전재로 적용한 코인 셀 배터리의 전기화학적 특성을 분석하기 위해 WonATech 사의 WBCS 3000을 이용하였다. 율속(C-rate) 테스트는 충전 및 방전 속도를 0.1 C로 부터 0.5 C, 1 C, 2 C 그리고 5 C까지 늘린 후 100 사이클까지 다시 1 C로 감소시키면서 분석을 진행하였다. 율속 테스트에서 부반응이 많이 발생하는 0.1 C에서 2 사이클만 측정하고, 나머지 충방전 속도에서는 5 사이클씩 측정함으로써 율속 특성을 확인하였다. 사이클링 성능 테스트는 첫 번째와 두 번째 사이클은 충방전 속도를 0.1 C로, 나머지 사이클은 0.5 C로 측정되었으며, 3.0-4.2 V에서 총 100 사이클 동안 수행되었다.

[0106] 반응 후 촉매들에 대한 정제 과정을 거쳐 수득된 탄소나노튜브(CNT)는 사용된 촉매에 따라 각각 CNT-CoMo 및 CNT-FeMo로 표현하였다. 도 10은 정제과정을 거친 탄소나노튜브(CNT) 및 카본블랙(Super P)을 양극용 도전재로 적용한 배터리의 성능 분석 결과를 나타내는 그래프이다. 도면 10a를 참고하면, CNT-FeMo를 도전재로 사용한 코인 셀 배터리가 모든 충방전 속도에서 높은 방전 용량을 보였으며, 5 C의 5번째 사이클에서 132.5 mAh/g의 방전 용량을 보임을 알 수 있었다. 반면, CNT-CoMo 및 카본블랙(Super P)을 도전재로 사용한 코인 셀은 각각 78.5과

107.6 mAh/g의 방전 용량을 보였다. 이를 통해, CNT-FeMo가 율속 특성 측면에서 카본블랙(Super P)보다 월등한 도전재 성능을 보임을 알 수 있었다. 도면 10b를 참고하면, CNT-FeMo를 도전재로 사용한 코인 셀 배터리의 100 번째 사이클에서 148.8mAh/g의 방전 용량을 보였으며, CNT-CoMo 및 카본블랙(Super P)를 사용한 코인 셀은 각각 107.4와 136.3 mAh/g의 방전 용량을 보임을 알 수 있었다. 이는 CNT-FeMo가 카본블랙(Super P)에 비해 용량 측면에서 뛰어난 도전재 성능을 보임을 확인했다.

[0107] 결과적으로, 페플라스틱에서 얻은 탄소나노튜브(CNT)인 CNT-FeMo가 양극용 도전재로서 상용 도전재 물질인 카본블랙(Super P)보다 우수한 성능을 보임을 확인하였다.

[0109] 이상으로 본 발명의 특정한 부분을 상세히 기술한 바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 이러한 구체적인 기술은 단지 바람직한 구현 예일 뿐이며, 이에 본 발명의 범위가 제한되는 것이 아닌 점은 명백하다. 따라서, 본 발명의 실질적인 범위는 첨부된 청구항과 그의 등가물에 의하여 정의된다고 할 것이다.

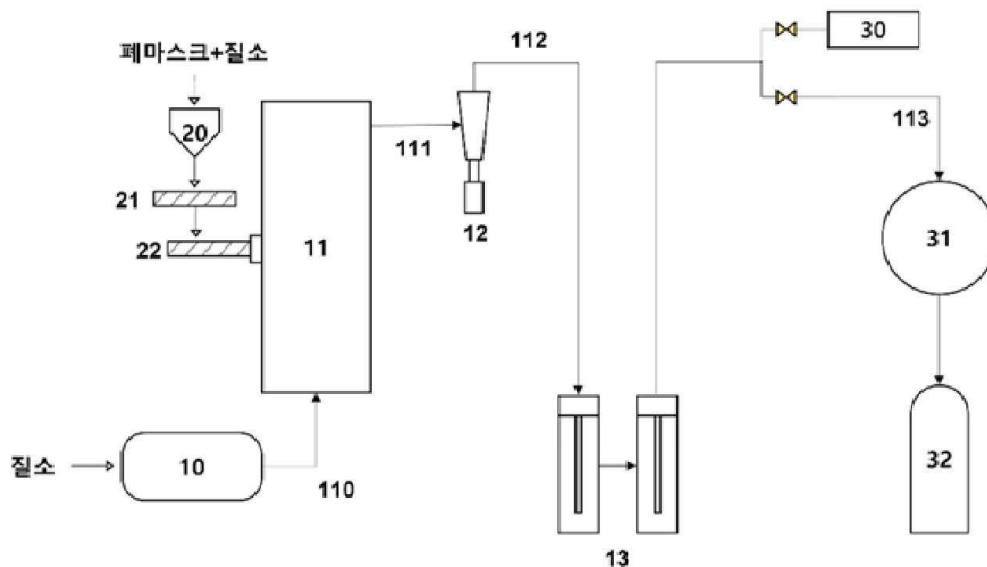
[0110] 본 발명의 범위는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타내어지며, 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 균등 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 한다.

도면

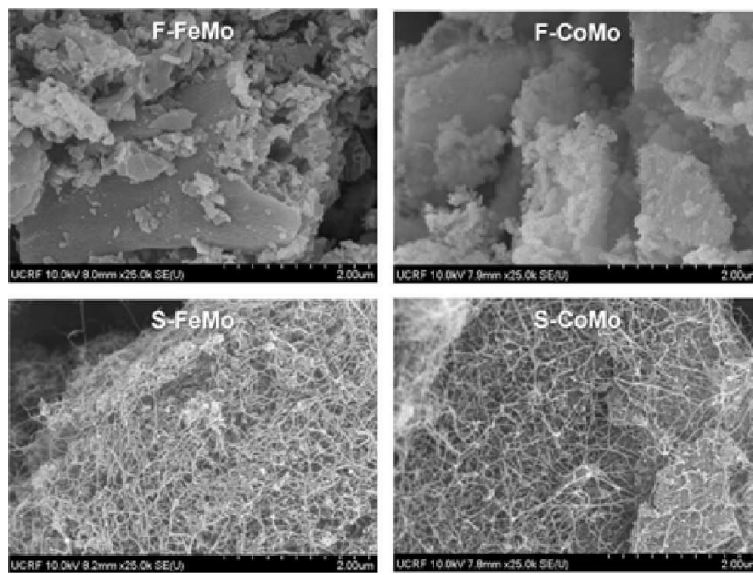
도면1



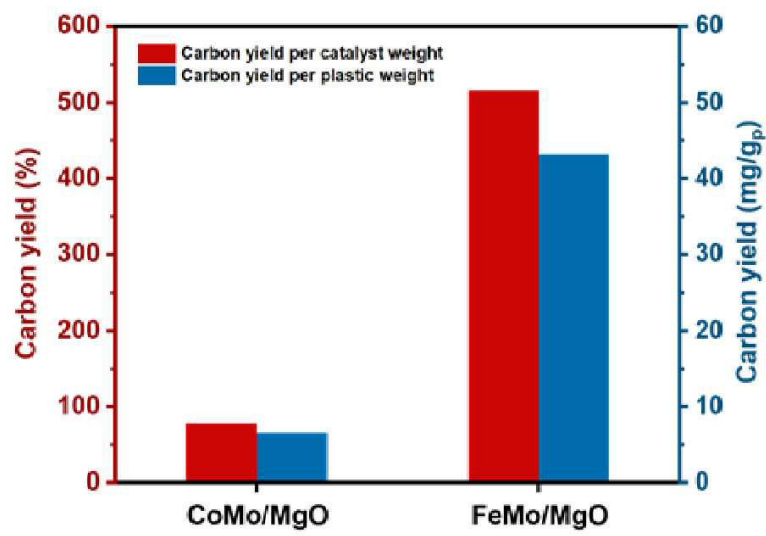
도면2



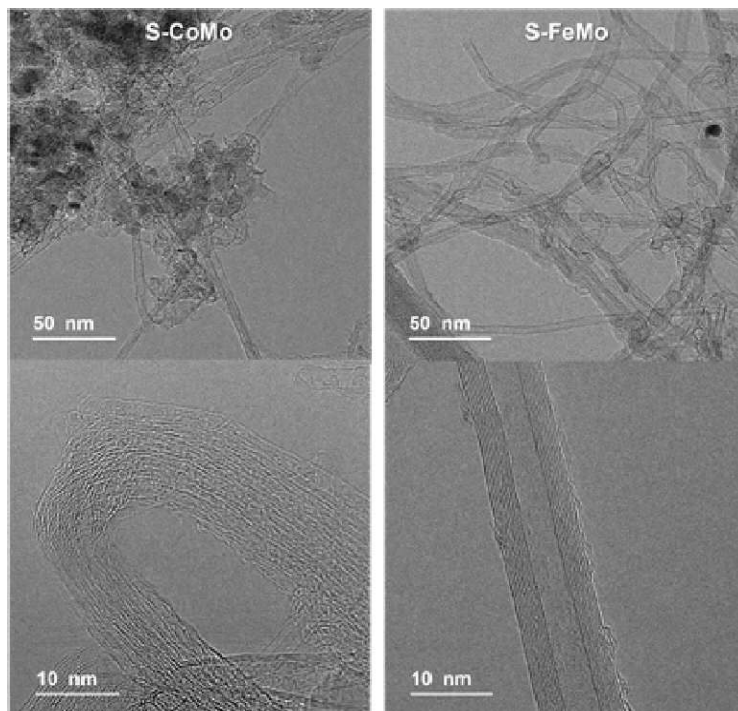
도면3



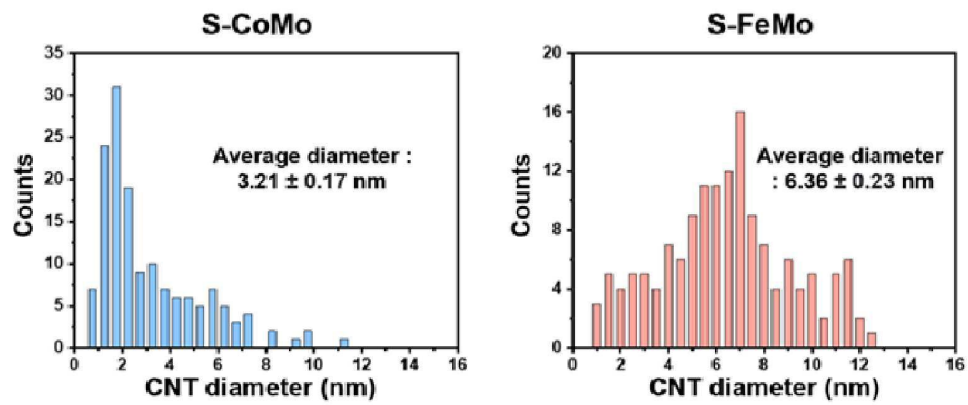
도면4



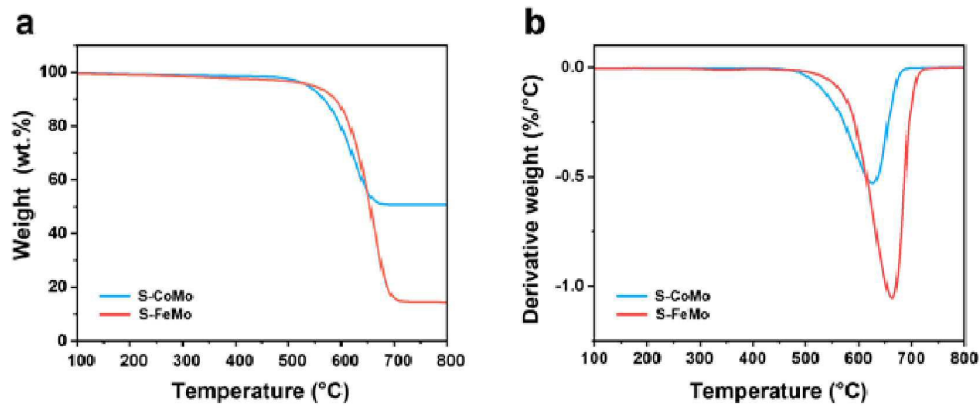
도면5



도면6



도면9



도면10

