



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0101335
(43) 공개일자 2013년09월13일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D06M 14/36 (2006.01) D06M 11/49 (2006.01)
H01G 9/042 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2012-0022403
(22) 출원일자 2012년03월05일
심사청구일자 2012년03월05일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
박수진
대전광역시 유성구 도룡동 431-6 현대아파트 103동 403호
유혜민
서울특별시 구로구 개봉동 139-24
(74) 대리인
이은철

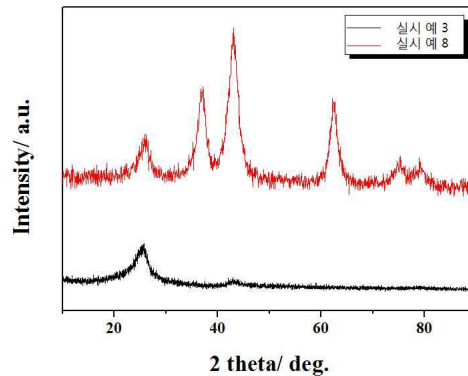
전체 청구항 수 : 총 13 항

(54) 발명의 명칭 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체 및 상기 복합체를 포함하는 슈퍼커패시터용 전극

(57) 요약

본 발명은 활성화제를 이용하여 무게비로 고비표면적을 갖는 최적의 활성흑연나노섬유를 제조한 후, 화학적 담지법을 이용하여 니켈산화물을 담지시켜 얻은 니켈산화물 나노입자를 함유하는 활성화된 흑연나노섬유 및 이를 이용한 고용량 슈퍼커패시터용 전극에 관한 것으로, 본 발명에 따라 제조된 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체는 높은 에너지용량을 나타내므로 우수한 에너지밀도의 고용량 슈퍼커패시터 전극 등으로 유용하게 이용될 수 있다.

대표도 - 도2



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2011-0031985

부처명 교육과학기술부

연구사업명 KoreaCCS2020

연구과제명 상온, 상압용 이산화탄소 포집을 위한 탄소기반 흡착소재 개발

주관기관 인하대학교 산학협력단

연구기간 2011.11.01 ~ 2012.05.31

특허청구의 범위

청구항 1

활성흑연나노섬유에 니켈산화물의 나노입자가 담지된 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 활성흑연나노섬유는 직경이 100~150 nm, 길이가 25~30 μm 로서 직선형(straight)의 흑연나노섬유를 수산화칼륨(KOH), 수산화나트륨(NaOH) 또는 염화아연(ZnCl_2) 중 어느 하나를 활성화제로 사용하여 전처리한 것을 특징으로 하는 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체.

청구항 3

제 2항에 있어서,

상기 활성화제는 흑연나노섬유를 기준으로 무게비로 1 내지 5배를 사용하는 것을 특징으로 하는 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체.

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체는 5 내지 50 nm의 입자크기를 갖는 니켈산화물이 9 내지 33중량%로 함유된 것을 특징으로 하는 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체.

청구항 5

- (1) 흑연나노섬유를 활성화시키는 단계;
- (2) 중성용액에서 니켈 질산염을 상기 활성화된 흑연나노섬유에 분산시키는 단계; 및
- (3) 상기 니켈 질산염이 분산된 활성흑연나노섬유를 알칼리 용액을 이용하여 화학적으로 환원하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체 제조방법.

청구항 6

제 5항에 있어서,

상기 (1) 단계에서 흑연나노섬유는 직경 100~150 nm, 길이 25~30 μm 인 직선형(straight) 흑연나노섬유를 활성화제로 전처리하여 활성화시키는 것을 특징으로 하는 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체 제조방법.

청구항 7

제 6항에 있어서,

상기 활성화제는 수산화칼륨(KOH), 수산화나트륨(NaOH) 또는 염화아연(ZnCl_2) 중 어느 하나를 흑연나노섬유를 기준으로 무게비로 1 내지 5배를 사용하여 기공을 제어함으로써 최적의 비표면적값을 갖도록 비표면적값을 증가

시키는 것을 특징으로 하는 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체 제조방법.

청구항 8

제 5항에 있어서,

상기 (1) 단계에서, 상기 흑연나노섬유는 활성화시 800 내지 900℃에서 탄화하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체 제조방법.

청구항 9

제 5항에 있어서,

상기 (2) 단계에서 상기 니켈 질산염은 활성화된 흑연나노섬유에 대해 15 내지 60중량%로 첨가하여 20 내지 30 분 동안 초음파를 사용하여 분산시키는 것을 특징으로 하는 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체 제조방법.

청구항 10

제 5항에 있어서,

상기 (3) 단계에서는 pH 11~12의 알칼리 분위기로 바꾼 후 환원제를 가하는 것을 특징으로 하는 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체 제조방법.

청구항 11

제 10항에 있어서,

상기 환원제는 포름알데히드(HCHO)를 사용하는 것을 특징으로 하는 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체 제조방법.

청구항 12

제 5항에 있어서,

상기 (3) 단계에서는 pH 11~12의 알칼리 분위기로 바꾼 후 산소 분위기에서 열처리하는 것을 특징으로 하는 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체 제조방법.

청구항 13

제 1항의 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체를 포함하는 것을 특징으로 하는 슈퍼커패시터용 전극.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체 및 상기 복합체를 포함하는 슈퍼커패시터용 전극에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 활성화제를 이용하여 무게비로 고비표면적을 갖는 최적의 활성흑연나노섬유를 제조한 후, 화학적 담지법을 이용하여 니켈산화물을 담지시켜 얻은 니켈산화물 나노입자를 함유하는 활성화된 흑연나노섬유 및 이를 이용한 고용량 슈퍼커패시터용 전극에 관한 것이다.

배경기술

- [0002] 이산화탄소 발생으로 인한 지구온난화를 방지하기 위해, 청정에너지원이 인류의 중요한 문제가 되었다. 이에 따라 태양광발전, 풍력발전, 하이브리드 전기자동차의 개발이 활발하게 이루어지고 있으며, 또한 안정적이고 우수한 에너지 축적시스템의 개발이 요구되고 있다.
- [0003] 슈퍼 커패시터 또는 울트라 커패시터는 매우 큰 용량을 가지는 커패시터를 지칭한 것으로, 종래의 재래식 커패시터 및 배터리와는 다른 범주의 에너지 저장장치라 할 수 있다.
- [0004] 에너지밀도 및 동력밀도의 값으로 그 차이를 나눌 수 있는데, 슈퍼 커패시터는 재래식 커패시터에 비해 에너지밀도가 높은 반면, 배터리에 비해서는 매우 작은 값을 가지고 있다. 하지만, 동력밀도와 사이클 수명은 배터리에 비해 훨씬 높다는 특징을 가지고 있다.
- [0005] 종래 슈퍼 커패시터는 주로 전이금속산화물과 전도성 고분자 등을 사용하였으며, 특히 루테튬산화물은 현재까지 전극으로서 가장 우수한 특성을 나타내고 있다.
- [0006] 그러나, 전이금속산화물의 경우에는 슈퍼 커패시터의 전극소재로서 매우 우수한 에너지밀도 및 출력밀도는 나타내지만, 고가의 원소재료 인하여 이를 대체할 수 있는 최적의 소재 개발이 국내특허등록 제10-0649092호 등을 비롯하여 최근 슈퍼커패시터 연구에 있어서 꾸준히 진행되고 있다.
- [0007] 특히, 고비용의 루테튬산화물을 대체할 수 있는 전이금속산화물에 대한 개발이 계속 진행 중에 있으나, 전이금속 산화물을 전극으로 하는 커패시터는 사이클 특성 및 안정성이 저하되는 문제가 있으며, 이 때문에 슈퍼 커패시터의 전극으로 적용하여 실용화하는 데 어려움이 따르고 있다.
- [0008] 또한, 전이금속산화물이 슈퍼 커패시터의 전극소재로 이용되기 위해서는 넓은 비표면적 및 가용 전위영역에서의 연속적인 표면 산화-환원 반응의 발생 등의 조건을 만족시켜야 한다.
- [0009] 이에, 본 발명자들은 저비용, 넓은 비표면적과 우수한 출력 밀도, 그리고 사이클 안정성 등을 갖는 전극물질을 연구하던 중, 고비용의 루테튬산화물을 대체할 수 있는 저비용의 NiO , MnO_2 , CoO_x 및 V_2O_5 와 같은 금속산화물을, 지지체로 탄소소재인 흑연나노섬유에 담지 및 고정시켜 얻어지는 나노복합체 형태로 제조하여 충전용량값을 높이고자 하였다.
- [0010] 또한, 금속산화물을 담지하기 전에 탄소소재인 흑연나노섬유를 활성화함으로써 소재의 최적의 비표면적 값을 갖는 지지체를 제조하여 본 발명을 완성하게 되었다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0011] 결국, 본 발명은 상기의 문제점을 해결하고 상기의 필요성에 의해 안출된 것으로, 본 발명의 주된 목적은 니켈 산화물 나노입자를 최적의 비표면적 값을 갖는 활성흑연나노섬유에 효과적으로 복합화 하여 얻어지는 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체 및 상기 복합체를 이용한 슈퍼커패시터용 전극을 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

- [0012] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체 및 그 제조방법을 제공한다.
- [0013] 또한, 상기 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체를 포함하는 슈퍼커패시터용 전극을 제공한다.

발명의 효과

- [0014] 상기와 같은 본 발명에 따르면, 종래 집전체 위에 전기방사법으로 방사하여 고분자 섬유를 형성하고, 일정전류법 또는 순환전위전류법을 통해 전기화학적으로 금속산화물층을 증착시켜 전극을 제조하였으나, 본 발명은 금속산화물을 탄소지지체에 화학적 환원방법으로 비교적 간단하고 저렴하게 담지시켜 제조할 수 있는 특징이 있다.
- [0015] 또한, 본 발명에 따라 제조된 니켈산화물 나노입자를 함유하는 활성화된 흑연나노섬유, 즉 니켈산화물/활성흑연

나노섬유 복합체는 높은 에너지용량을 나타내므로 우수한 에너지밀도의 고용량 슈퍼커패시터 전극 등으로 유용하게 이용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0016] 도 1은 본 발명의 일실시예에 따른 활성화제 무게비별 활성흑연나노섬유의 주사전자현미경 사진이다.
도 2는 본 발명의 일실시예에 따른 니켈산화물의 담지를 확인한 X-선 회절분석 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0017] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

[0018] 본 발명은 최적의 비표면적을 갖는 활성흑연나노섬유에 니켈산화물의 나노입자가 담지된 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체를 제공한다.

[0019] 본 발명에 있어서, 상기 흑연나노섬유는 탄소지지체 중 하나로 직경이 100~150 nm, 길이가 25~30 μm 로서 직선형(straight)인 것이 바람직하고, 최적의 비표면적 값을 갖는 활성흑연나노섬유를 제조하기 위해서는 활성화제로 전처리하는 것이 바람직하다.

[0020] 이때, 상기 전처리는 수산화칼륨(KOH), 수산화나트륨(NaOH) 또는 염화아연(ZnCl_2) 중 어느 하나를 활성화제로서 사용하는 것이 바람직하며, 상기 활성화제는 흑연나노섬유를 기준으로 무게비로 1 내지 5배를 사용하는 것이 좋다.

[0021] 또한, 본 발명에서, 상기 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체는 니켈산화물을 활성흑연나노섬유에 대해 15 내지 60중량%로 담지시켜 최종적으로 니켈산화물이 9 내지 33중량%로 함유되는 것이 특징이며, 상기 니켈산화물은 5 내지 50 nm의 입자크기를 갖는다.

[0022] 또한, 본 발명은 상기 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체의 제조방법을 제공한다.

[0023] 본 발명의 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체의 제조방법은, (1) 흑연나노섬유를 활성화시키는 단계; (2) 중성용액에서 니켈 질산염을 상기 활성화된 흑연나노섬유에 분산시키는 단계; 및 (3) 상기 니켈 질산염이 분산된 활성흑연나노섬유를 알칼리 용액을 이용하여 화학적으로 환원하는 단계;를 포함한다.

[0024] 이때, 상기 (1) 단계에서 흑연나노섬유는 직경 100~150 nm, 길이 25~30 μm 인 직선형(straight) 흑연나노섬유를 활성화제로 전처리하여 활성화시키는 것이 바람직하며, 상기 활성화제는 수산화칼륨(KOH), 수산화나트륨(NaOH) 또는 염화아연(ZnCl_2) 중 어느 하나를 흑연나노섬유를 기준으로 무게비로 1 내지 5배를 사용하여 기공을 제어함으로써 최적의 비표면적을 갖도록 비표면적값을 증가시키는 것이 좋다.

[0025] 또한, 상기 흑연나노섬유는 활성화시 800 내지 900℃에서 탄화하는 단계를 포함하는 것이 바람직하다.

[0026] 또한, 상기 (2) 단계에서는 흑연나노섬유에 니켈 이온들을 끌고루 분산시키기 위해 초음파를 사용할 수도 있다. 바람직하게는, 상기 니켈 질산염을 활성화된 흑연나노섬유에 대하여, 15 내지 60중량%로 첨가하여 20 내지 30분 동안 초음파를 사용하여 분산시키는 것이 좋다.

[0027] 또한, 상기 (3) 단계에서는 먼저 용액을 pH 11~12의 알칼리 분위기로 바꾼 후 환원제를 가하는 것이 바람직하며, 이때 니켈산화물의 결정을 흑연나노섬유에 고르게 분산시키기 위해 알칼리 용액은 천천히 가하는 것이 좋다.

[0028] 또한, 환원제로는 포름알데히드(HCHO)를 사용할 수 있으며, 상기 알칼리 용액은 수산화나트륨(NaOH), 암모니아 수용액(NH_4OH) 혹은 수산화칼륨(KOH) 등 수용성에서 염기성을 나타내는 화합물은 어느 것이든 사용할 수 있다.

[0029] 또는, 상기 (3) 단계에서, 용액을 pH 11~12의 알칼리 분위기로 바꾼 후 산소 분위기에서 열처리하는 환원법에 의해 본 발명의 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체를 제조하는 것이 가능하다.

- [0030] 상기와 같은 방법으로 제조된 본 발명의 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체는 니켈산화물을 9 내지 33중량%로 함유하며, 또한 상기 니켈산화물은 5 내지 50 nm의 입자크기를 갖는 것이 특징이다.
- [0031] 또한, 본 발명의 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체는 높은 충전용량을 가지므로 우수한 에너지밀도의 고용량 슈퍼 커패시터용 전극으로 유용하다.
- [0032] 따라서, 본 발명은 상기 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체를 포함하는 고용량 슈퍼커패시터용 전극을 제공한다.
- [0033] 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.
- [0034] **실시예 1.**
- [0035] 흑연나노섬유 1 g과 KOH 1 g을 증류수 50 ml에 넣고, 6시간 이상 교반한 후 오븐에서 건조하여 증류수를 제거한 다음, 튜브형 퍼니스에서 질소 분위기 하에서 5℃/min.의 승온 속도로 800℃까지 승온시켜 1시간 동안 열처리하였다.
- [0036] KOH 잔여물을 제거하기 위해, 0.5 N HCl으로 6시간 이상 처리한 후, pH가 중성이 될 때까지 증류수로 충분히 세척을 실시하고, 100℃ 이상의 진공오븐에서 12시간 동안 완전 건조시켜 활성화된 흑연나노섬유를 제조하였다.
- [0037] **실시예 2.**
- [0038] 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 활성화흑연나노섬유를 제조하되, KOH를 2 g 사용하였다.
- [0039] **실시예 3.**
- [0040] 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 활성화흑연나노섬유를 제조하되, KOH를 4 g 사용하였다.
- [0041] **실시예 4.**
- [0042] 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 활성화흑연나노섬유를 제조하되, KOH를 5 g 사용하였다.
- [0043]
- [0044] **실시예 5.**
- [0045] 흑연나노섬유 1 g과 KOH 1 g을 증류수 50 ml에 넣고, 6시간 이상 교반한 후 오븐에서 건조하여 증류수를 제거한 다음, 튜브형 퍼니스에서 질소 분위기 하에서 5℃/min.의 승온 속도로 900℃까지 승온시켜 1시간 동안 열처리하였으며, KOH 잔여물을 제거하기 위해, 0.5 N HCl으로 6시간 이상 처리한 후, pH가 중성이 될 때까지 증류수로 충분히 세척을 실시하고, 100℃ 이상의 진공오븐에서 12시간 동안 완전 건조시켜 활성화흑연나노섬유를 제조하였다.
- [0046] 하기 표 1에는, 상기 실시예 1 내지 5에서 제조한 활성화흑연나노섬유의 N₂/77 K 구조를 정리하였으며, 도 1은 상기 제조된 활성화흑연나노섬유를 주사현미경으로 관찰한 사진이다.

표 1

[0047]

시료	S_{BET} (m^2/g)	V_{Total} (cm^3/g)	V_{Micro} (cm^3/g)	V_{Meso} (cm^3/g)	D_p (nm)
비교예 1	133	0.219	0.010	0.209	6.5
실시예 1	216	0.347	0.035	0.312	6.4
실시예 2	658	0.650	0.158	0.492	3.9
실시예 3	970	1.048	0.208	0.840	4.3
실시예 4	166	0.235	0.042	0.193	5.4
실시예 5	712	0.801	0.150	0.651	4.5

[0048]

상기에서, S_{BET} 는 0.03~0.22의 상대 압력 범위에서 Brunauer-Emmett-Teller 식을 사용하여 계산한 비표면적이며, V_{Total} 은 상대 압력 $P/P_0=0.990$ 에서의 총 기공 부피를 추정한 값이다. 또한, V_{Micro} 는 V_{Total} 로부터 메조기공 부피를 제외한 부피이며, V_{Meso} 는 Barret-Joyner-Halenda(BJH)식으로부터 결정한 메조기공 부피이고, D_p 는 평균 기공 지름이다.

[0049]

실시예 6.

[0050]

흑연나노섬유에 대하여 KOH의 양을 4배(w/w)로 처리하여 제조한 활성흑연나노섬유 1 g을 200 ml의 증류수에 넣고 초음파를 20~30분 동안 처리하여 분산시킨 후, 충분히 분산되면 상기 활성흑연나노섬유 1 g에 대하여 0.15 g(15중량%)의 니켈 질산염을 가하여 초음파 및 기계적 교반으로 재차 분산시켰다.

[0051]

담지 전, 공기 중에서의 니켈 질산염의 산화를 막기 위해서, 질소 가스를 주입하여 질소 분위기 하에서 실시하였으며, 충분히 분산된 활성흑연나노섬유와 니켈 이온들이 있는 혼합액에 니켈산화물 형성을 위해 2 M NaOH 용액 20 ml를 서서히 첨가하였다. 이때, 혼합액의 pH는 11~12를 유지하였으며, 환원제로서 포름알데히드(HCHO) 3 ml를 서서히 첨가하였다.

[0052]

상기 혼합액을 80℃에서 1시간 동안 기계적으로 교반함으로써 활성흑연나노섬유에 니켈 산화물을 담지시키는 화학적 환원방법을 통해 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체를 제조하였다.

[0053]

실시예 7.

[0054]

상기 실시예 6과 동일하게 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체를 제조하되, 활성흑연나노섬유 1 g에 대하여 0.30 g(30중량%)의 니켈 질산염을 첨가하였다.

[0055]

실시예 8.

[0056]

상기 실시예 6과 동일하게 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체를 제조하되, 활성흑연나노섬유 1 g에 대하여 0.45 g(45중량%)의 니켈 질산염을 첨가하였다.

[0057]

실시예 9.

[0058]

상기 실시예 6과 동일하게 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체를 제조하되, 활성흑연나노섬유 1 g에 대하여 0.60 g(60중량%)의 니켈 질산염을 첨가하였다.

[0059]

실시예 10.

[0060]

흑연나노섬유에 대하여 KOH의 양을 4배(w/w)로 처리하여 제조한 활성흑연나노섬유 1 g을 200 ml의 에틸렌글리콜에 넣고 초음파를 20~30분 동안 처리하여 분산시킨 후, 충분히 분산되면 상기 활성흑연나노섬유 1 g에 대하여 0.45 g(45중량%)의 니켈 질산염을 가하여 초음파 및 기계적 교반으로 재차 분산시켰다.

[0061] 담지 전, 공기 중에서의 니켈 질산염의 산화를 막기 위해서, 질소 가스를 주입하여 질소 분위기 하에서 실시하였으며, 충분히 분산된 활성흑연나노섬유와 니켈 이온들이 있는 혼합액에 니켈산화물 형성을 위해 20 ml의 2 M NaOH 용액을 서서히 첨가한 후에는 120℃에서 1시간 동안 기계적으로 교반하였다.

[0062] 그런 다음, 머플 퍼니스에서 산소 분위기 하에서 5℃/min.의 승온 속도로 300℃까지 승온시킨 후, 2시간을 유지하는 조건으로 열처리하는 방법을 통해 니켈을 니켈산화물로 바꾸어 담지하여 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체를 제조하였다.

[0063] 하기 표 2는 실시예 6 내지 10에서 제조한 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체의 니켈산화물 함량을 나타내었다.

표 2

시료	Ni 함량(wt.%)
실시예 6	9
실시예 7	21
실시예 8	33
실시예 9	26
실시예 10	15

[0065] 비교예.

[0066] 니켈산화물을 담지하지 않은 흑연나노섬유를 비교예로 준비하였다.

[0067] 실험예 1. 전극제조 및 충방전 실험

[0068] 상기 실시예에서 제조한 활성흑연나노섬유 및 니켈산화물/활성흑연나노섬유 복합체를 전극물질로 하여 전극을 제조하였다.

[0069] 구체적으로, 전극물질 분말 0.8 g과 폴리비닐리덴플로라이드(PVDF) 0.1 g 및 도전제로 카본블랙(SUPER-P, SEMYUNG EVER ENERGY, KOREA) 0.1 g을 10 ml N-메틸피롤리돈(N-methyl pyrrolidone)을 용매로 하여 혼합한 후 기계식 교반기를 사용하여 30분간 교반하여 슬러리를 제조하였다.

[0070] 상기 슬러리는 닥터 블레이드(doctor blade)를 사용하여 니켈(Ni) 폼(form) 위에 약 0.2 mm 두께로 도포한 다음 상온에서 건조하고, 진공, 110℃의 조건에서 다시 한 번 건조한 뒤 압착하여 사용하였다.

[0071] 제조한 전극물질은 작업전극으로 하고, 기준전극으로는 Ag/AgCl을, 상대전극으로는 Pt전극을 각각 사용하였으며, 6 M KOH용액을 이용하여 상온 조건에서 측정하였다.

[0072] 전압구간은 0.6 V에서 0.4 V 구간으로 하였고, 0.5 Ag⁻¹을 전류밀도로 하여 실험을 진행하여 비축전용량값을 계산하였다.

[0073] 또한, 본 발명에 있어서, 각 특성값들을 다음과 같은 방법에 의하여 측정하였다.

[0074] 측정예 1. 탄소지지체의 비표면적 측정

[0075] 본 발명에 따라 제조된 활성흑연나노섬유의 표면 구조 특성은 77 K의 액체 질소 분위기 하에서 질소 기체를 흡착질로 하여 흡착량을 측정하였으며, 질소흡착등온 실험 후, 질소흡착등온곡선을 통해 BET(Brunauer-Emmett-Teller) 비표면적을 계산하였다.

[0076] 측정예 2. 탄소지지체의 표면관찰

[0077] 본 발명에 따라 제조된 활성흑연나노섬유의 개질 전과 후의 표면을 주사전자현미경(Scanning Electron

Microscope, SEM; S-4200, Hitachi, Japan)을 통해 관찰하였다(도 1 참조).

[0078] 측정예 3. 전극물질의 구조 분석

[0079] 본 발명에 따라 제조된 슈퍼커패시터용 전극물질을 X-선 회절분석(X-ray Diffractometer, XRD; D/MAX 2200V/PC, Rigaku)을 이용하여 니켈산화물/활성흑연나노섬유의 구조를 확인하였으며, 유도결합플라즈마 질량분석기(Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometer, ICP-MS; ELAN6100, Perkin Elmer)를 이용하여 담지된 니켈산화물의 담지량을 조사하였다.

[0080] 측정예 4. 전극물질의 충방전 특성

[0081] 전극물질로서의 전기적 특성을 확인하기 위해, Electronic-Chemical Analyzer(IVIUMSTAT, HS Technology)를 이용하여 0.5 Ag^{-1} 를 전류 밀도로 하여 패럿 단위의 비축전용량을 계산하였다.

표 3

[0082]

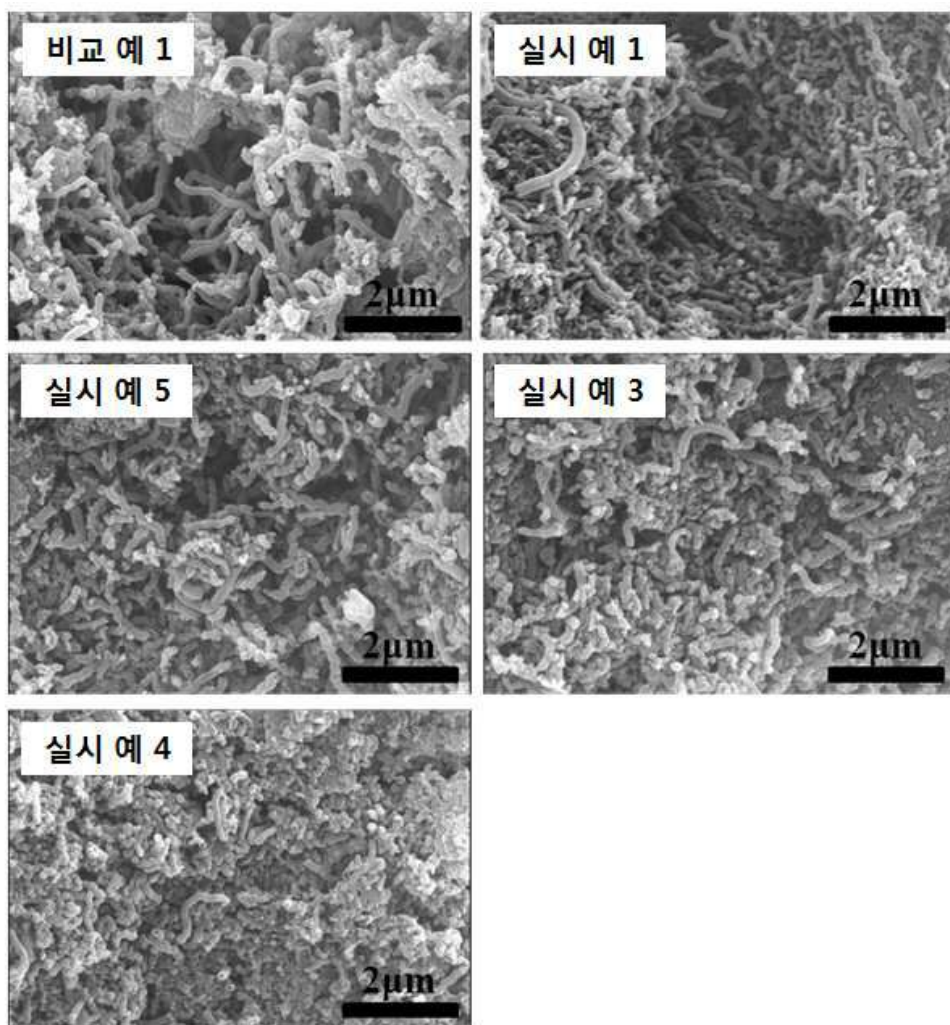
	반응조건	비표면적 (m^2g^{-1})	니켈산화물 담지량(wt.%)	비축전용량 (Fg^{-1})
비교예 1	-	133	-	2.3
실시예 1	KOH 1 g, 800℃	216	-	55
실시예 2	KOH 2 g, 800℃	658	-	59
실시예 3	KOH 4 g, 800℃	970	-	63
실시예 4	KOH 5 g, 800℃	166	-	34
실시예 5	KOH 4 g, 900℃	712	-	59
실시예 6	15wt.% NiO, 화학적환원방법	-	9	122
실시예 7	30wt.% NiO, 화학적환원	-	21	208
실시예 8	45wt.% NiO, 화학적환원	-	33	360
실시예 9	60wt.% NiO, 화학적환원	-	26	301
실시예 10	45wt.% NiO, 열처리환원	-	15	180

[0083]

[0084] 이상, 본 발명의 내용의 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 의하여 정의된다고 할 것이다.

도면

도면1



도면2

