



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0054941
(43) 공개일자 2017년05월18일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 31/04 (2006.01) B01J 19/10 (2006.01)
B01J 6/00 (2006.01) H01G 11/84 (2013.01)
H01G 11/86 (2013.01)

(52) CPC특허분류
C01B 31/043 (2013.01)
B01J 19/10 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2015-0157725

(22) 출원일자 2015년11월10일
심사청구일자 2015년11월10일

(71) 출원인
한국에너지기술연구원
대전광역시 유성구 가정로 152(장동)

(72) 발명자
연순화
세종특별자치시 다솜1로 164, 201동 706호 (도담동, 도람마을 2단지)

진창수
대전광역시 유성구 노은동로 219, 305동 1402호
(지족동, 열매마을3단지)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인
특허법인다울

전체 청구항 수 : 총 17 항

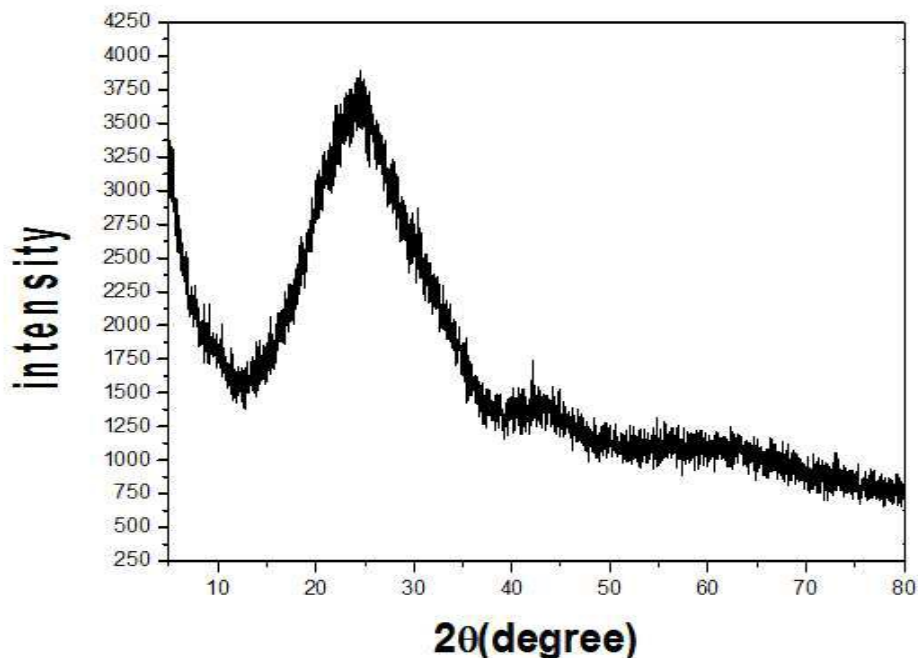
(54) 발명의 명칭 **층간 간격이 넓어진 환원 그래핀 산화물의 제조방법과 그에 따라 제조된 환원 그래핀산화물 및 이를 포함하는 슈퍼커패시터**

(57) 요약

본 발명은 슈퍼커패시터의 효율을 향상시키기 위하여 층간 간격이 넓어진 환원 그래핀 산화물의 제조방법에 관한 것으로, 흑연 산화물을 준비하는 단계; 상기 흑연 산화물을 동결 건조하는 단계; 동결 건조된 흑연 산화물에 대하여 초음파 처리를 수행하는 단계; 초음파 처리된 흑연 산화물을 하이드라진으로 환원하여 환원 그래핀 산화물

(뒷면에 계속)

대표도 - 도10



을 형성하는 단계; 및 상기 환원 그래핀 산화물을 가열하는 열처리 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

본 발명은, 흑연 산화물을 동결건조하고 초음파 처리한 뒤에 화학적으로 환원하고 환원된 뒤에는 열처리를 수행함으로써, 층간 간격이 넓어진 환원 그래핀 산화물을 제조할 수 있는 효과가 있다.

또한, 공정비용이 저렴한 화학적 환원 공정을 적용하면서도 층간 간격이 넓은 환원 그래핀 산화물을 제조할 수 있는 제조공정으로 그래핀 산화물을 제조하여 활물질로 사용함으로써, 공정비용 대비 효율이 크게 향상된 슈퍼커패시터를 제공할 수 있는 효과가 있다.

(52) CPC특허분류

B01J 6/00 (2013.01)

H01G 11/84 (2013.01)

H01G 11/86 (2013.01)

Y02E 60/13 (2013.01)

(72) 발명자

신경희

대전광역시 서구 둔산로 241, 201동 701호 (둔산동, 보라아파트)

정규남

대전광역시 유성구 지족로 317, 107호 1002호(지족동, 반석마을1단지아파트)

이범석

대전광역시 유성구 관평1로 12, 703동1901호 (관평동, 대덕테크노밸리7단지아파트)

전명석

대전광역시 유성구 지족로 362 반석마을아파트 311동 1501호

양정훈

대전광역시 유성구 배울1로 119, 1209동 1004호(용산동, 대덕테크노밸리12단지아파트)

전재덕

대전광역시 서구 청사서로 41, 103동 803호 (월평동, 백합아파트)

심준목

세종특별자치시 도움3로 75, 1102동 1104호(종촌동, 가재마을 11단지)

이상호

대전광역시 서구 신갈마로 58-17, 103동 502호 (갈마동, 인터빌아파트)

문성배

경상북도 구미시 대학로 25 버킹검 104호

박세국

대전광역시 서구 대덕대로 150, 120동607호 (갈마동, 큰마을아파트)

김동하

대전광역시 서구 유등로483번길 49, B-302호 (용문동, 대운빌라)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 GP2014-0019-04

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 국가과학기술연구회

연구사업명 주요사업

연구과제명 차세대 이차전지용 신개념 음극소재 기술

기 여 율 1/1

주관기관 한국에너지기술연구원

연구기간 2015.01.01 ~ 2015.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

흑연 산화물을 준비하는 단계;

상기 흑연 산화물을 동결 건조하는 단계;

동결 건조된 흑연 산화물에 대하여 초음파 처리를 수행하는 단계;

초음파 처리된 흑연 산화물을 하이드라진으로 환원하여 환원 그래핀 산화물을 형성하는 단계; 및

상기 환원 그래핀 산화물을 가열하는 열처리 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 환원 그래핀 산화물 제조방법.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 하이드라진과 함께 보조제로서 NH_4OH 를 섞어서 환원하는 것을 특징으로 하는 환원 그래핀 산화물 제조방법.

청구항 3

청구항 1에 있어서,

상기 동결 건조가 -55°C 이하의 온도에서 48시간이상 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 환원 그래핀 산화물 제조방법.

청구항 4

청구항 1에 있어서,

상기 초음파 처리가 진동수 20 kHz를 초과하는 초음파를 350W이상의 출력으로 1시간 30분 이상의 시간 동안 인가하여 수행되는 것을 특징으로 하는 환원 그래핀 산화물 제조방법.

청구항 5

청구항 1에 있어서,

상기 열처리 단계가 2단계로 나누어 수행되는 것을 특징으로 하는 환원 그래핀 산화물 제조방법.

청구항 6

청구항 5에 있어서,

상기 2단계의 열처리가 상대적으로 낮은 온도에서 수행되는 1단계와 상대적으로 높은 온도에서 수행되는 2단계로 구성되는 것을 특징으로 하는 환원 그래핀 산화물 제조방법.

청구항 7

청구항 6에 있어서,

상기 1단계가 270~290℃의 온도범위에서 수행되는 것을 특징으로 하는 환원 그래핀 산화물 제조방법.

청구항 8

청구항 6에 있어서,

상기 2단계가 490~510℃의 온도범위에서 수행되는 것을 특징으로 하는 환원 그래핀 산화물 제조방법.

청구항 9

청구항 1에 있어서,

상기 열처리 단계 이전에, 상기 환원 그래핀 산화물을 세척하는 단계를 더 수행하는 것을 특징으로 하는 환원 그래핀 산화물 제조방법.

청구항 10

청구항 1에 있어서,

상기 흑연 산화물이 그래파이트 분말을 산화하여 얻어진 것을 특징으로 하는 환원 그래핀 산화물 제조방법.

청구항 11

청구항 10에 있어서, 그래파이트 분말을 산화하는 과정이,

그래파이트 분말과 H_2SO_4 및 H_3PO_4 를 혼합하는 단계;

앞선 단계에서 혼합된 혼합물에 $KMnO_4$ 를 첨가하는 단계; 및

상기 혼합물에서 수득된 분말을 HCl 과 에탄올 및 H_2O 의 혼합용액에 희석시키는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 환원 그래핀 산화물 제조방법.

청구항 12

청구항 11에 있어서,

상기 $KMnO_4$ 를 첨가하는 단계 이후에 과량의 $KMnO_4$ 를 제거하기 위하여 H_2O_2 를 첨가하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 환원 그래핀 산화물 제조방법.

청구항 13

청구항 11에 있어서,

상기 희석시키는 단계 이후에, 수득된 분말에 대하여 증류수로 세척하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 환원 그래핀 산화물 제조방법.

청구항 14

흑연 산화물을 동결건조한 다음 초음파 처리한 뒤에 화학적으로 환원하고, 이후에 열처리를 수행하는 방법으로

제조되어, 층간 간격이 0.884nm 이상 경우를 포함하는 것을 특징으로 하는 환원 그래핀 산화물.

청구항 15

슈퍼커패시터를 제조하는 방법으로서,

활물질을 준비하는 단계;

양극 집전체 및 음극 집전체를 준비하는 단계;

상기 양극 집전체 및 음극 집전체의 표면에 상기 활물질을 부착하는 단계; 및

활물질이 부착된 상기 양극 집전체 및 음극 집전체, 양극과 음극을 분리하는 분리막 및 전해질 포함하여 패키징하는 단계를 포함하며,

상기 활물질을 준비하는 단계가 청구항 1 내지 청구항 13 중 하나의 방법으로 환원 그래핀 산화물을 제조하여 준비하는 것을 특징으로 하는 슈퍼커패시터 제조방법.

청구항 16

청구항 15에 있어서,

상기 활물질을 준비하는 단계가 상기 환원 그래핀 산화물에 도전제를 더 첨가하여 수행되는 것을 특징으로 하는 슈퍼커패시터 제조방법.

청구항 17

환원 그래핀 산화물을 활물질로 사용한 슈퍼커패시터로서,

상기 환원 그래핀 산화물이 청구항 14의 환원 그래핀 산화물인 것을 특징으로 하는 슈퍼커패시터.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 환원 그래핀 산화물의 제조방법에 관한 것으로, 더욱 자세하게는 슈퍼커패시터의 활물질로서 적합한 환원 그래핀 산화물의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 최근 들어 급격한 수요 증가를 보이며 리튬이차전지를 대체 또는 보완하고자 대두되고 있는 차세대 에너지 저장 장치인 슈퍼커패시터에 대한 관심이 높아지면서, 큰 비표면적과 높은 전기전도도를 갖는 2D 구조의 그래핀 전극을 개발하려는 노력이 계속되고 있다.

[0003] 흑연을 산화시켜 흑연을 산화시켜 흑연산화물(graphite oxide)의 각 층을 용액 내에서 분리하고, 이를 통해 얻은 그래핀산화물(graphene oxide)을 다시 환원하여 환원 그래핀 산화물(reduced graphene oxide)을 얻는 방법은 그래핀 기반의 소재를 대량으로 얻을 수 있는 장점이 있다.

[0004] 이러한 환원 그래핀 산화물은 2D구조가 적층된 층상 구조를 가지고 있어서 자체적으로 표면적이 매우 넓지만, 층간 간격에 따라서 표면적에 큰 차이가 생길 수 있다.

[0005] 따라서 환원 그래핀 산화물의 층간 간격을 넓히기 위하여, 환원공정을 수행할 때에 나노스페이스로서 카본 블랙이나 탄소 나노튜브를 사용하는 방법(대한민국 등록특허 10-1463735) 등이 개발되었으나, 제조비용이 높아지는 단점이 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허 10-1463735

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명은 전술한 종래 기술의 문제점을 해결하기 위한 것으로서 슈퍼커패시터의 효율을 향상시키기 위하여 층간 간격이 넓어진 환원 그래핀 산화물의 제조방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

과제의 해결 수단

[0008] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명에 의한 층간 간격이 넓어진 환원 그래핀 산화물의 제조방법은, 흑연 산화물을 준비하는 단계; 상기 흑연 산화물을 동결 건조하는 단계; 동결 건조된 흑연 산화물에 대하여 초음파 처리를 수행하는 단계; 초음파 처리된 흑연 산화물을 하이드라진으로 환원하여 환원 그래핀 산화물을 형성하는 단계; 및 상기 환원 그래핀 산화물을 가열하는 열처리 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0009] 본 발명은 흑연 산화물에 대한 후처리 공정으로서 동결건조 및 초음파 처리를 수행하고 환원된 그래핀 산화물에 대한 후처리 공정으로서 열처리 공정을 추가하여, 층간 간격이 더욱 넓어진 환원 그래핀 산화물을 제조하는 방법에 대한 것이다. 환원 그래핀 산화물의 층간 간격이 향상되면 표면적이 넓어지기 때문에 이를 활물질로 사용하여 슈퍼커패시터를 제조할 때에 성능이 향상된다.

[0010] 이때, 하이드라진과 함께 보조제로서 NH_4OH 를 섞어서 환원 공정을 수행하는 경우에 그래핀 산화물의 작용기가 떨어져 환원 그래핀 산화물의 층간 간격을 더욱 넓힐 수 있다.

[0011] 그리고 동결건조 공정은 섭씨 -55 이하의 온도와 진공상태에서 48시간이상 동안 수행되는 것이 바람직하고, 초음파 처리는 진동수 20 kHz를 초과하는 초음파를 350W이상의 출력으로 1시간 30분 이상의 시간 동안 인가하여 수행되는 것이 바람직하다.

[0012] 열처리는 상대적으로 낮은 온도에서 수행되는 1단계와 상대적으로 높은 온도에서 수행되는 2단계로 나누어 수행되는 것이 좋으며, 1단계는 $270\sim 290^\circ\text{C}$ 의 온도범위에서 수행되고 2단계는 $490\sim 510^\circ\text{C}$ 의 온도범위에서 수행되는 것이 바람직하다.

[0013] 또한, 열처리 단계 이전에 환원 그래핀 산화물을 세척하는 단계를 더 포함하는 것이 바람직하다. 환원 공정을 마친 환원 그래핀 산화물은 강염기의 특성을 나타내어 불안정한 상태이므로, 증류수로 세척하여 염기 특성을 약화시켜 안정화 시키는 것이 좋으며, 이때 pH가 9 이하가 될 때까지 세척하는 것이 바람직하다.

[0014] 본 발명에서 사용되는 흑연 산화물은 특별한 제한 없이 사용이 가능하지만, 그래파이트 분말을 산화하여 얻어진 것을 사용하는 것이 좋으며, 특히 그래파이트 분말과 H_2SO_4 및 H_3PO_4 를 혼합하는 단계; 상기 혼합물에 KMnO_4 를 첨가하는 단계; 및 상기 혼합물에서 수득된 분말을 HCl과 에탄올 및 H_2O 의 혼합용액에 회석시키는 단계;를 포함하는 과정으로 산화된 흑연 산화물을 사용하는 경우에 그래핀 산화물로의 환원 반응에 유리하고 층간 간격을 넓힐 수 있다. 이때, KMnO_4 를 첨가하는 단계 이후에 과량의 KMnO_4 를 제거하기 위하여 H_2O_2 를 첨가하는 단계를 더 포함하는 것이 좋으며, 상기 회석시키는 단계 이후에 수득된 분말에 대하여 증류수로 세척하는 단계를 더 포함하는 것이 바람직하다.

[0015] 본 발명의 다른 형태에 의한 환원 그래핀 산화물은, 상기한 방법으로 제조되어 층간 간격이 0.884nm 이상인 경우를 포함하는 것을 특징으로 하며, 구체적으로 층간 간격이 0.884nm 이상인 경우가 30% 이상인 것을 특징으로 한다. 본 발명의 환원 그래핀 산화물은 하이드라진을 사용한 화학적 환원에 의해서 환원 그래핀 산화물을 제조하면서도 그래핀 산화물의 층간 간격이 종래에 비하여 넓어진 것을 특징으로 한다. 본 발명의 방법으로 제조된 환원 그래핀 산화물은, 층간 간격이외에도 환원 그래핀 산화물의 물리적 특성에서 종래의 일반적인 화학적 환원 공정으로 제조된 것과 차이가 있다. 하지만 이를 특정하여 표현할 수 있는 명확한 기준이 없으므로, 본 명세서에서는 제조방법에 따른 차이 및 층간 간격의 비율로서 표현하였다.

[0016] 본 발명의 또 다른 형태에 의한 슈퍼커패시터를 제조하는 방법은, 활물질을 준비하는 단계; 양극 집전체 및 음

극 집전체를 준비하는 단계; 상기 양극 집전체 및 음극 집전체의 표면에 상기 활물질을 부착하는 단계; 및 활물질이 부착된 상기 양극 집전체 및 음극 집전체, 양극과 음극을 분리하는 분리막 및 전해질 포함하여 패키징하는 단계를 포함하며, 활물질을 준비하는 단계가 상기한 방법들 중 하나의 방법으로 환원 그래핀 산화물을 제조하여 준비하는 것을 특징으로 한다.

[0017] 본 발명의 슈퍼커패시터는 공정비용이 저렴한 화학적 환원 공정을 적용하면서도 층간 간격이 넓은 환원 그래핀 산화물을 제조할 수 있는 제조공정으로 그래핀 산화물을 제조하여 활물질로 사용함으로써, 공정비용 대비 효율이 크게 향상되는 효과가 있다.

[0018] 이때, 상기한 방법들 중 하나의 방법으로 환원 그래핀 산화물을 제조한 뒤에 도전체를 추가하여 활물질을 제조함으로써 효율을 더욱 높일 수도 있다.

[0019] 본 발명의 마지막 형태에 의한 슈퍼커패시터는 활물질인 환원 그래핀 산화물로서 상기한 방법으로 제조된 환원 그래핀 산화물을 사용하는 것을 특징으로 한다.

[0020] 본 발명의 슈퍼커패시터는 활물질로 사용되는 환원 그래핀 산화물의 차이에 의해서 저장용량 등의 전기화학적 특징에서 종래의 슈퍼커패시터와 차이가 있다.

발명의 효과

[0021] 상술한 바와 같이 구성된 본 발명은, 흑연 산화물을 동결건조하고 초음파 처리한 뒤에 화학적으로 환원하고 환원된 뒤에는 열처리를 수행함으로써, 층간 간격이 넓어진 환원 그래핀 산화물을 제조할 수 있는 효과가 있다.

[0022] 또한, 공정비용이 저렴한 화학적 환원 공정을 적용하면서도 층간 간격이 넓은 환원 그래핀 산화물을 제조할 수 있는 제조공정으로 그래핀 산화물을 제조하여 활물질로 사용함으로써, 공정비용 대비 효율이 크게 향상된 슈퍼커패시터를 제공할 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0023] 도 1은 본 실시예에 따라 제조된 환원 그래핀 산화물을 10000배 배율로 촬영한 전자현미경 사진이다.

도 2는 본 실시예에 따라 제조된 환원 그래핀 산화물을 20000배 배율로 촬영한 전자현미경 사진이다.

도 3 내지 도 5는 본 실시예에 따라 제조된 환원 그래핀 산화물을 50000배 배율로 촬영한 전자현미경 사진이다.

도 6 내지 도 7은 본 실시예에 따라 제조된 환원 그래핀 산화물을 100000배 배율로 촬영한 전자현미경 사진이다.

도 8은 본 실시예에 따라 제조된 환원 그래핀 산화물을 200000배 배율로 촬영한 전자현미경 사진이다.

도 9는 도 8에서 층간간격을 측정하여 표시한 사진이다.

도 10은 본 발명의 실시예에 따라서 제조된 환원 그래핀 산화물에 대한 XRD 분석 결과이다.

도 11은 본 실시예에 따라 제조된 코인셀의 충방전 특성을 나타낸 그래프이다.

도 12는 이론용량에 대한 쿨롱효율을 표시한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0024] 첨부된 도면을 참조하여 본 발명에 따른 실시예를 상세히 설명한다.

[0025] 흑연 산화물(GO, graphite oxide) 합성

[0026] 그래파이트 3g과 H_2SO_4 360ml 및 H_3PO_4 40ml를 혼합한 후 30분간 교반시킨다. 이후에 얼음조(ice bath)하에서 10분 정도 냉각을 시켜준 후 $KMnO_4$ 18g을 천천히 첨가하여 300rpm의 속도로 30분간 교반시키고, 다음으로 55℃에서 6시간 동안 300rpm으로 다시 교반하여 반응을 시킨다. 본 실시예의 그래파이트는 별도의 후가공 없이 일반적으로 사용되는 시판 중인 그래파이트 분말을 사용하였고, 분말의 평균 입경은 약 4 μm 이다.

[0027] 반응이 완료된 샘플에서 과량의 $KMnO_4$ 를 제거하기 위하여 H_2O_2 를 샘플의 색이 노란색으로 변할 때 까지 3~18ml 범위에서 조금씩 첨가한다. 노란색으로 변한 혼합 용액에서 원심분리기를 사용하여 분말을 수득한다.

- [0028] 그리고 HCl 100ml 과 에탄올 100ml 및 H₂O 100ml을 혼합하여 1시간 교반시킨 혼합용액에 수득된 분말을 넣고 1시간 동안 교반하여 분말을 회석시킨다.
- [0029] 이후에 원심분리기를 사용하여 수득된 분말에 대하여, pH가 5 이상이 될 때까지 증류수를 이용하여 세척한다.
- [0030] 흑연 산화물 후처리
- [0031] 증류수를 사용하여 세척을 수행한 분말을 -55℃에서 24시간 이상 동결건조한다.
- [0032] 동결 건조된 분말 1g를 500ml의 H₂O에 넣고 그래핀 산화물의 환원을 활발하게 하기 위하여 20 kHz를 초과하는 초음파를 350W이상 출력으로 초음파 처리하였다.
- [0033] 환원 그래핀 산화물(RGO) 생성
- [0034] 상기한 초음파 처리를 수행한 흑연 산화물 분말을 포함하는 액체에 환원을 위한 하이드라진 1.25ml와 NH₄OH 19 ml를 섞고, 300rpm의 속도로 80℃에서 12시간 동안 교반하였다.
- [0035] 원심분리기를 사용하여 분말을 수득한 뒤에 H₂O를 사용하여 pH가 9 이하가 될 때까지 세척해준다.
- [0036] 환원 그래핀 산화물에 대한 후처리 공정
- [0037] 마지막으로 pH 9 이상까지 세척된 분말을 수거하여 280℃에서 2시간 열처리한 뒤에 500℃에서 4시간 동안 추가로 열처리하였다.
- [0038] 도 1 내지 도 9는 본 발명의 실시예에 따라서 제조된 환원 그래핀 산화물을 촬영한 전자현미경 사진이다. 도 1 과 도 2는 각각 10000배와 20000배 배율로 촬영한 사진이고, 도 3 내지 도 5는 50000배 배율로 촬영한 사진이며, 도 6 내지 도 7은 100000배 배율로 촬영한 사진이다. 도 8은 200000배 배율로 촬영한 사진이고, 도 9 는 도 8에 중간 간격을 측정하여 표시한 사진이다.
- [0039] 도시된 것과 같이, 본 실시예의 방법을 적용하면 층상구조의 환원 그래핀 산화물을 제조할 수 있는 것을 확인할 수 있다. 도 9에는 본 실시예에 따라 제조된 환원 그래핀 산화물 각 층의 두께가 5.34nm와 5.78nm로 측정되었다.
- [0040] 도 10은 본 발명의 실시예에 따라서 제조된 환원 그래핀 산화물에 대한 XRD 분석 결과이다.
- [0041] XRD 분석을 통하여, 제조된 환원 그래핀 산화물의 층간 간격을 측정하였다. XRD 분석결과, 2θ가 20~30° 인 범위에서 피크가 형성되었고, 2θ가 10° 이하인 부분에서 또 다른 피크가 형성되었다. 2θ가 20~30° 인 범위는 층간 간격이 0.298nm ~0.443nm 범위를 나타내고, 2θ가 10° 이하인 경우는 층간 간격이 0.884nm 이상인 것을 나타내고, 5° 일 경우는 층간 간격이 1.8nm인 경우이다. 이와 같이 2θ가 10° 이하인 피크가 20~30° 범위의 피크의 크기와 유사한 것은 층간 간격이 0.884nm 이상인 경우가 전체에서 30%이상을 차지함을 나타내고, 이로써 환원 그래핀 산화물의 층간 간격이 크게 향상된 것을 확인할 수 있다.
- [0042] 전기화학적 특성 측정
- [0043] 상기한 과정으로 제조된 환원 그래핀 산화물을 사용하여 코인셀을 제조한 뒤에 전기화학적 특성을 측정하였다.
- [0044] 환원 그래핀 산화물과 폴리플루오린화비닐리덴(PVDF)을 9:1 혼합하여 3시간 동안 300rpm의 속도로 교반한 뒤에 유성형 볼밀을 사용하여 200rpm의 24시간 동안 혼합하였다.
- [0045] 구리 포일에 유리막대를 사용하여 60μm 두께로 혼합물을 캐스팅하고, 오븐에서 120℃에서 3시간 동안 건조한 뒤에 프레스머신을 사용하여 50μm로 프레스 하였다.
- [0046] 지름 14mm의 원형편지를 사용하여 혼합물질이 도포된 구리 포일을 편칭하고, SK 분리막은 지름 18mm의 원형편지로 편칭한 뒤에, 전해액으로 LiPF₆를 사용하여 코인셀을 제작하였다.
- [0047] 도 11은 본 실시예에 따라 제조된 코인셀의 충방전 특성을 나타낸 그래프이고, 도 12는 이론용량에 대한 쿨롱효율을 표시한 그래프이다.
- [0048] 표 1은 도 11의 충방전 그래프 결과를 표로 나타낸 것이고, 표 2는 도 12의 효율을 표로 나타낸 것이다.

표 1

[0049]

사이클	Discharge Capacity	Charge Capacity
1	2561.60mAh/g	1079.50mAh/g
2	1156.91mAh/g	1000.61mAh/g
3	1088.08mAh/g	983.76mAh/g
4	1117.90mAh/g	1041.57mAh/g
5	1151.29mAh/g	1054.32mAh/g
6	1200.12mAh/g	1095.67mAh/g
7	1205.30mAh/g	1095.61mAh/g
8	1173.76mAh/g	1080.49mAh/g
9	1192.03mAh/g	1095.80mAh/g
10	1165.92mAh/g	1079.50mAh/g

표 2

[0050]

사이클	Specific Capacity	Coulombic efficiency
1	2561.60mAh/g	42.14%
2	1156.91mAh/g	86.49%
3	1088.08mAh/g	90.41%
4	1117.90mAh/g	93.17%
5	1151.29mAh/g	91.57%
6	1200.12mAh/g	91.29%
7	1205.30mAh/g	90.89%
8	1173.76mAh/g	92.05%
9	1192.03mAh/g	91.92%
10	1165.92mAh/g	92.58%

[0051]

이상의 결과에서 본 발명의 실시예에 따라 제조된 환원 그래핀 산화물을 사용한 경우에 약 1000mAh/g의 용량을 나타내었으며, 이는 종래에 사용되던 그래파이트의 이론용량 372mAh/g에 비하여 매우 향상된 결과이고, 특히 환원 그래핀 산화물의 층간 간격이 넓어진 결과이다.

[0052]

이상 본 발명을 바람직한 실시예를 통하여 설명하였는데, 상술한 실시예는 본 발명의 기술적 사상을 예시적으로 설명한 것에 불과하며, 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위 내에서 다양한 변화가 가능함은 이 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이해할 수 있을 것이다. 따라서 본 발명의 보호범위는 특정 실시예가 아니라 특허청구범위에 기재된 사항에 의해 해석되어야 하며, 그와 동등한 범위 내에 있는 모든 기술적 사상도 본 발명의 권리범위에 포함되는 것으로 해석되어야 할 것이다.

도면

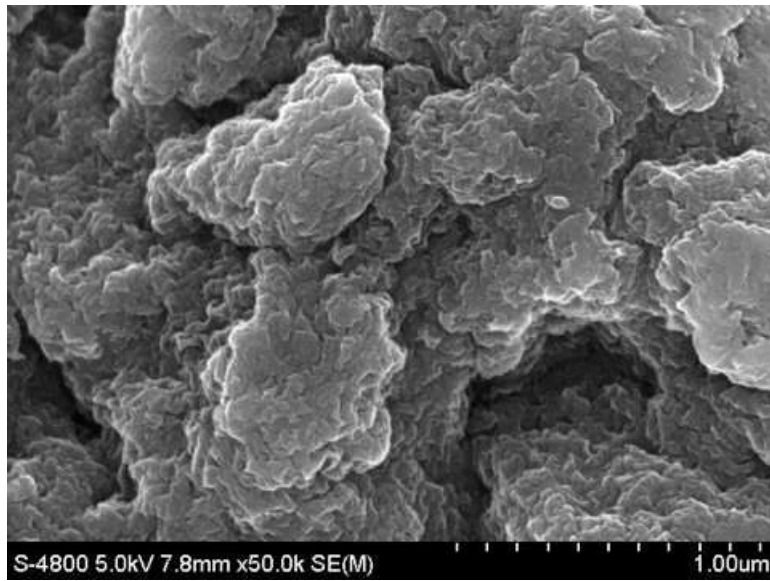
도면1



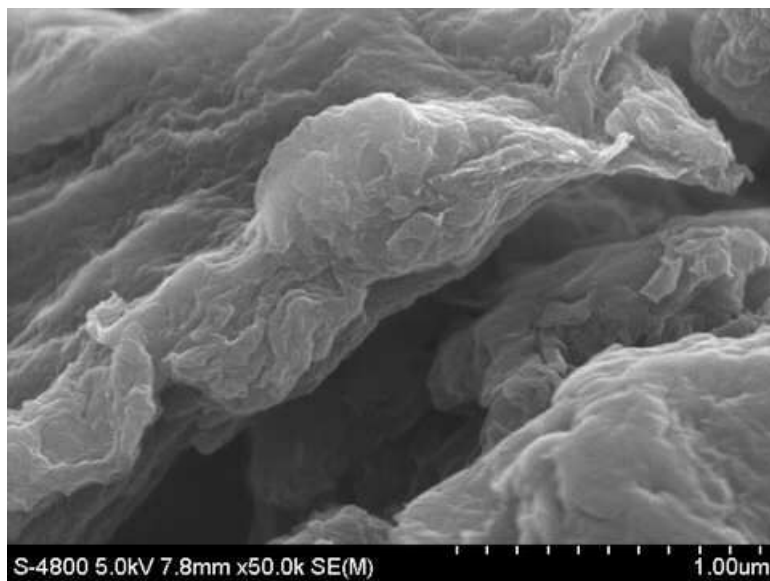
도면2



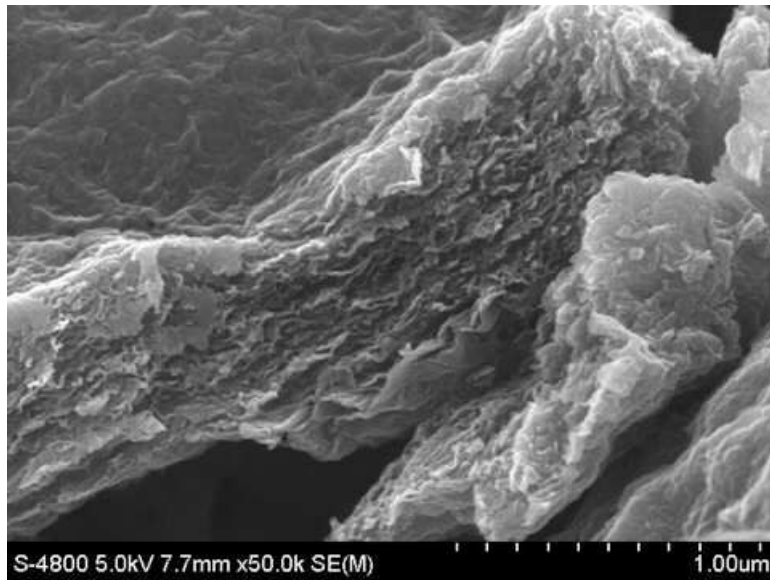
도면3



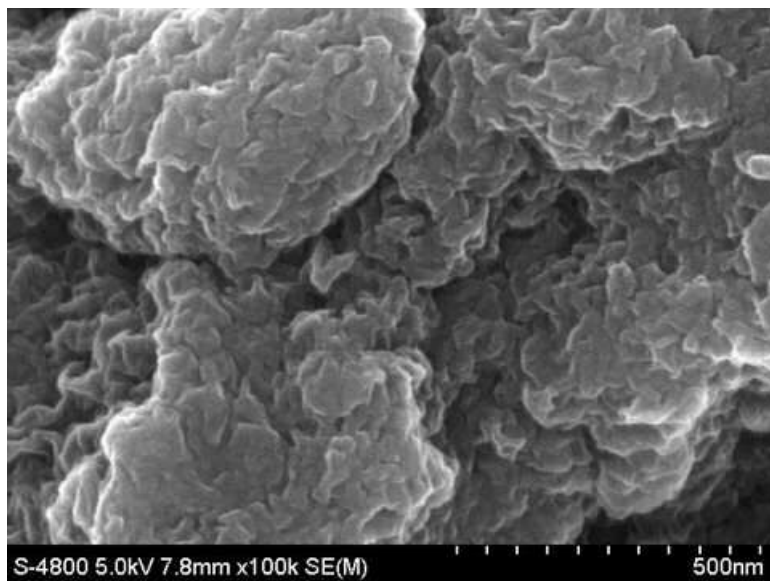
도면4



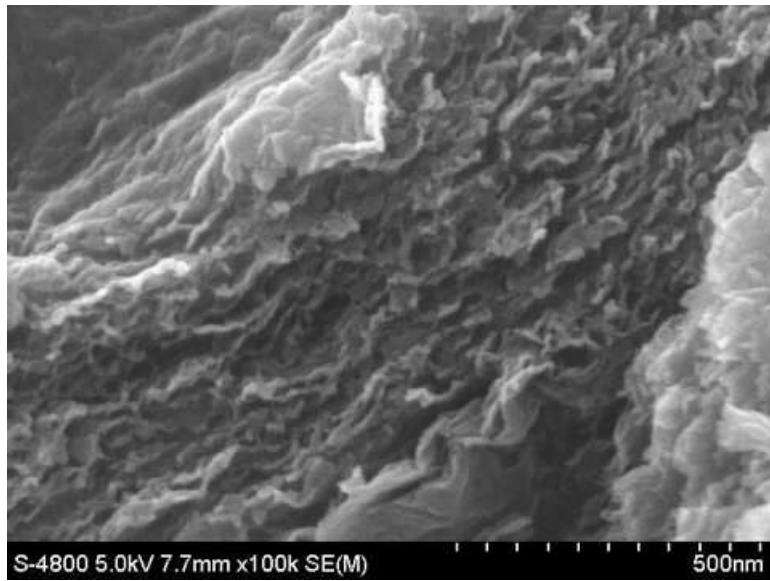
도면5



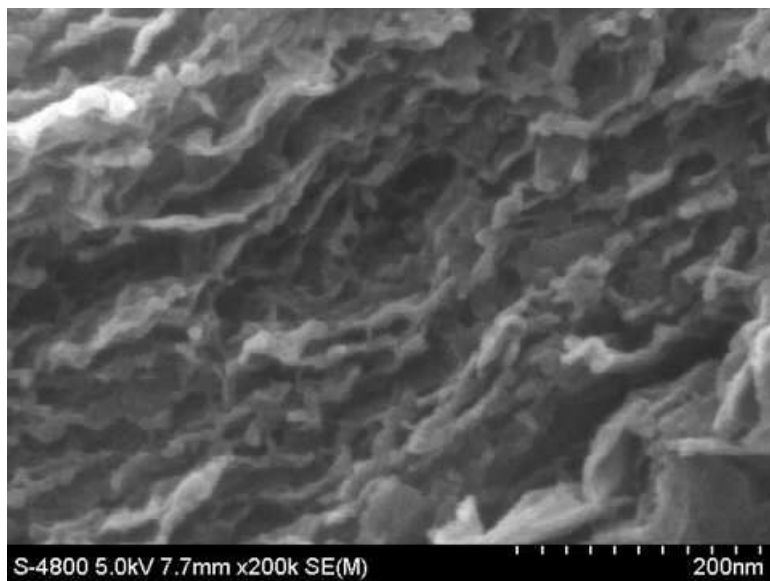
도면6



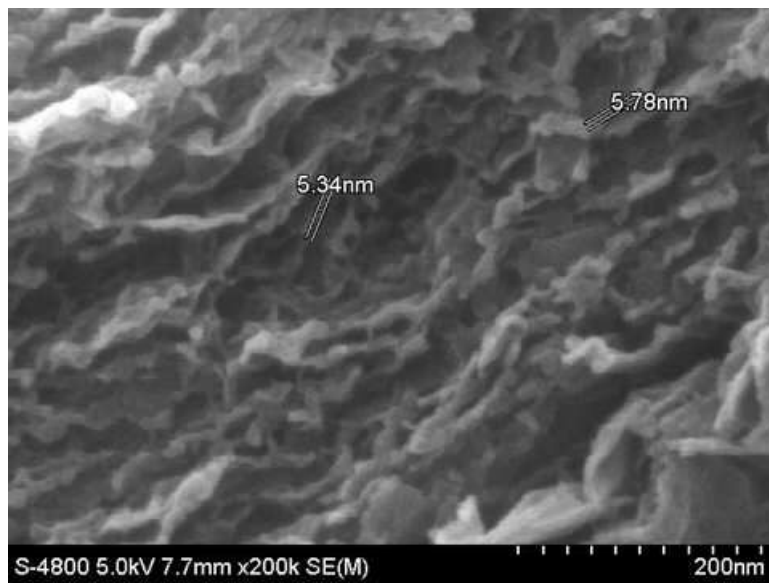
도면7



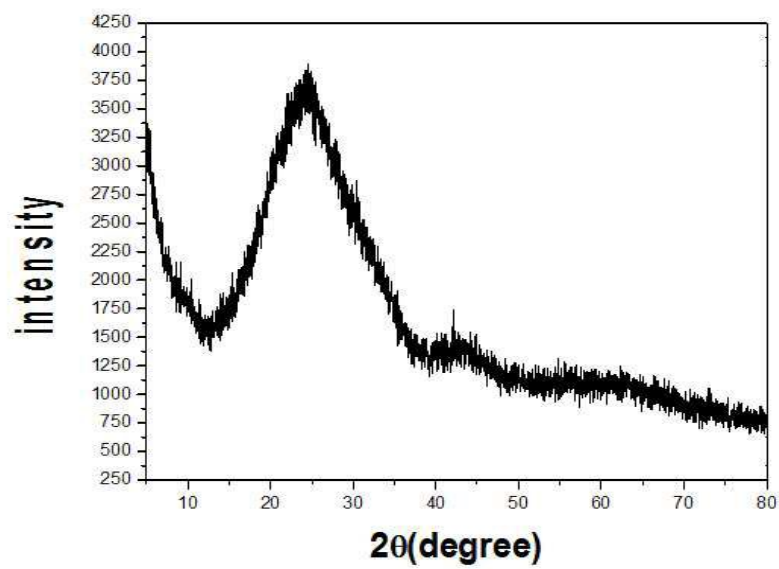
도면8



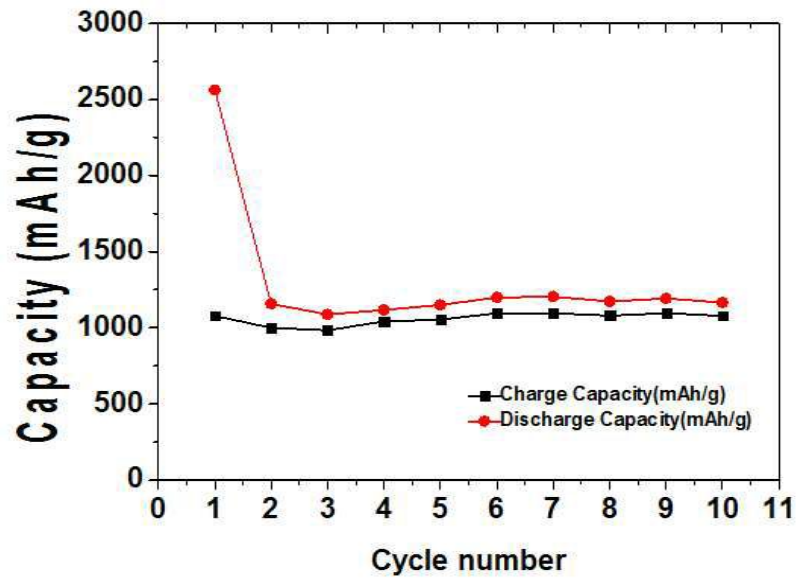
도면9



도면10



도면11



도면12

