

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 (43) 공개일자	10-2012-0103987 2012년09월20일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) <i>C01B 31/02</i> (2006.01) <i>C25B 1/00</i> (2006.01) (21) 출원번호 10-2011-0022008 (22) 출원일자 2011년03월11일 심사청구일자 2011년03월11일	(71) 출원인 인하대학교 산학협력단 인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동) (72) 발명자 양희창 인천광역시 서구 염곡로 198, 우림아파트 104동 1604호 (석남동) 정재경 서울특별시 강서구 화곡로13길 107, 145동 1105호 (화곡동, 화곡푸르지오) 최리노 서울특별시 마포구 월드컵북로 502-37, 월드컵파크아파트 1102동 305호 (상암동) (74) 대리인 한라특허법인		

전체 청구항 수 : 총 8 항

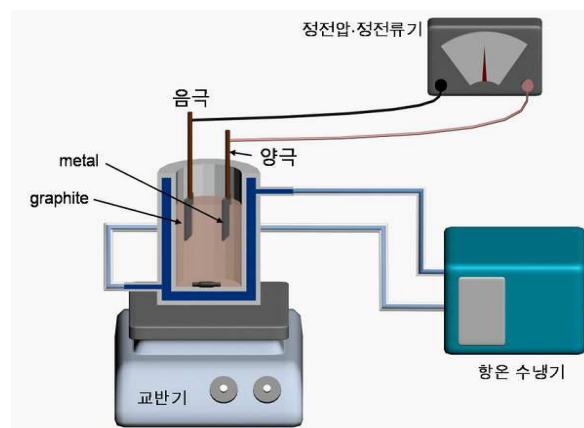
(54) 발명의 명칭 **전기화학을 이용한 그래핀의 제조 방법**

(57) 요약

본 발명은 그래파이트를 포함하는 음극 및 금속을 포함하는 양극을 전해액에 침지한 후, 음극과 양극 사이에 전류를 가하는 그래핀의 제조 방법에 관한 것이다.

본 발명에서 제시하는 전기화학을 이용한 그래핀 제조 방법은 기존 제조법의 문제점을 모두 해결할 수 있는 매우 간단한 발명으로, 고순도의 그래핀을 제조하는 것이 가능하다. 본 발명의 방법으로 인하여 저가의 그래핀 생산이 가능하므로 대면적 투명전극 등에서 기존 인듐 틴 옥사이드(ITO) 등과 비교하여 가격에서 우위를 차지할 수 있으므로 더욱 폭 넓은 응용분야를 확보할 수 있게 된다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

그래파이트를 포함하는 음극 및 금속을 포함하는 양극을 전해액에 침지한 후, 음극과 양극 사이에 전류를 가하는 것을 포함하는 그래핀의 제조 방법.

청구항 2

제 1항에 있어서, 상기 그래파이트는 고배향 열분해 그래파이트인 것을 특징으로 하는 그래핀의 제조 방법.

청구항 3

제 1항에 있어서, 상기 금속은 알루미늄, 칼슘, 칼륨, 나트륨, 마그네슘, 철, 아연, 니켈, 주석, 납 또는 이들의 합금인 것을 특징으로 하는 그래핀의 제조 방법.

청구항 4

제 1항에 있어서, 상기 전해액은 과염소산의 알코올 용액 또는 황산, 염산, 질산, 인산, 옥살산의 수용액인 것을 특징으로 하는 그래핀의 제조 방법.

청구항 5

제 4항에 있어서, 상기 전해액의 농도는 0.1 ~ 3.0M 인 것을 특징으로 하는 그래핀의 제조 방법.

청구항 6

제 1항에 있어서, 상기 음극 및 양극의 표면적은 $0.1 \sim 10 \text{ cm}^2$ 이고, 0.01 ~ 0.6 A의 전류를 20 ~ 200 V의 전압으로 가하는 것을 특징으로 하는 그래핀의 제조 방법.

청구항 7

제 1항에 있어서, 상기 전해액의 온도는 0 ~ 30 ℃ 인 것을 특징으로 하는 그래핀의 제조 방법.

청구항 8

제 1항 내지 7항 중에서 선택된 어느 한 항의 제조 방법으로 제조된 그래핀을 포함하는 디스플레이 장치.

명세서

기술분야

본 발명은 전기화학을 이용한 그래핀의 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0001]

[0002] 그래핀(graphene)은 그래파이트(graphite)를 구성하는 한 개의 평면층으로 높은 전하이동도와 질량대비 높은 표면적으로 인해 전자산업, 나노산업 등에서 다양하게 사용될 수 있는 잠재적인 가능성이 있는 물질이다.

[0003] 이러한 그래핀을 제조하는 방법으로 현재 테이프를 이용한 기계적 분리 제조법, 화학기상증착법(CVD)과 금속촉매를 이용한 제조법, 그래핀 옥사이드(graphene oxide)를 만든 후 환원하는 방법 등이 개시되어 있다. 그러나 테이프를 이용한 기계적 분리법은 대량생산이 힘든 문제점을 갖고 있으며, CVD와 금속촉매를 이용한 방법은 높은 제조비와 금속 박막 제거 시 야기되는 그래핀 오염 및 산화물 생성의 문제점이 있다. 또한 그래핀 옥사이드(graphene oxide)를 만든 후 환원하는 방법은 완벽한 환원이 어려워 잔류산소에 의한 특성 열화의 문제점을 갖고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0004] 상기와 같이 기존 그래핀 제조법은 다양한 문제점을 지니고 있으므로, 본 방법에서는 종래의 제조 방법에 비해 보다 간단한 제조 방법으로 고순도의 그래핀을 생산할 수 있는 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0005] 상기 목적을 달성하기 위하여 본 발명에서는 그래파이트(정렬된 탄소구조)를 포함하는 음극 및 금속을 포함하는 양극을 전해액에 침지한 후, 음극과 양극 사이에 전류를 가하는 것을 포함하는 그래핀의 제조 방법을 제공한다.

발명의 효과

[0006] 본 발명에서 제시하는 전기화학을 이용한 그래핀 제조 방법은 기존 제조법의 문제점을 모두 해결할 수 있는 매우 간단한 발명으로, 고순도의 그래핀을 제조하는 것이 가능하다. 본 발명의 방법으로 인하여 저가의 그래핀 생산이 가능하므로 대면적 투명전극 등에서 기존 인듐 틴 옥사이드(ITO) 등과 비교하여 생산성, 경제성 면에서 우위를 차지할 수 있으므로 더욱 폭 넓은 응용분야를 확보할 수 있게 된다.

도면의 간단한 설명

[0007] 도 1은 본 발명을 실시하기 위한 전기화학 장치의 일 예이다.

도 2는 실시예에서 제조한 그래핀의 SiO_2 기질 위에 수득된 광학 현미경(OM) 이미지이다.

도 3은 실시예에서 제조한 그래핀과 고배향 열분해 그래파이트(HOPG)의 라만분광기(Raman Spectroscopy)를 사용한 분석 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0008] 이하 본 발명을 더욱 자세하게 설명하겠다.

[0009] 본 발명은 그래파이트를 포함하는 음극 및 금속을 포함하는 양극을 전해액에 침지한 후, 음극과 양극 사이에 전류를 가하는 그래핀의 제조 방법에 관한 것이다.

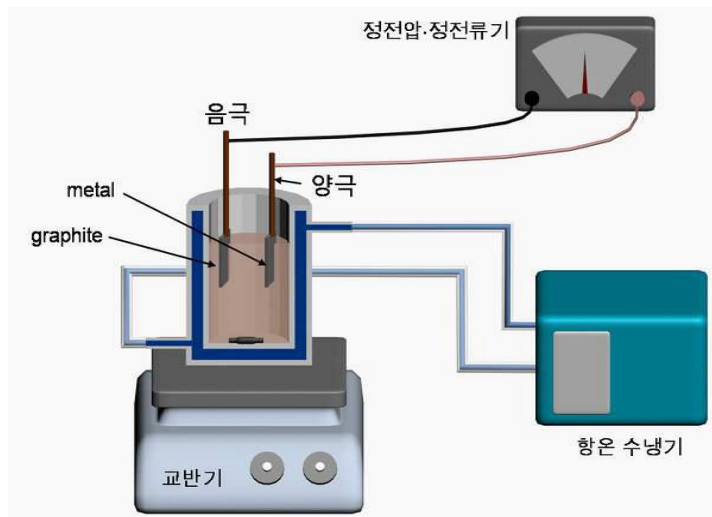
[0010] 상기 음극과 양극 사이에 전류를 가할 시, 전해액의 전기 분해가 일어나게 된다. 이 때 그래파이트의 미세 다공구조 내부로 침투된 원소가 기화되면서 높은 모멘텀(momentum)을 발생하게 되며, 이를 이용하여 그래파이트를 구성하고 있는 그래핀 층간의 반데르발스(Van der Waals)결합을 끊어서 고순도의 그래핀을 그래파이트로부터 박리시킬 수 있게 된다. 상기와 같은 방법을 구현하는 일 예를 도 1에 개략적으로 나타내었다.

[0011] 상기 그래파이트는 고배향 열분해 그래파이트(Highly Ordered Pyrolytic Graphite, HOPG)를 사용하는 것이 수율면에서 더욱 우수하여 바람직하다.

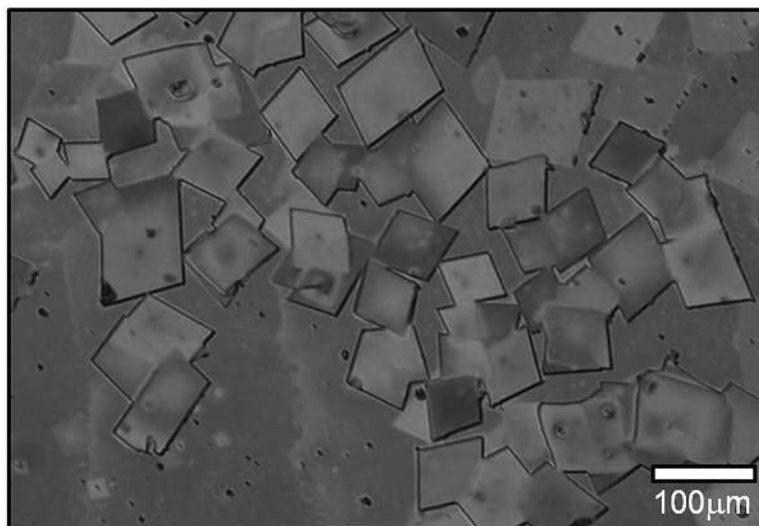
- [0012] 상기 양극에 사용되는 금속은 알루미늄, 칼슘, 칼륨, 나트륨, 마그네슘, 철, 아연, 니켈, 주석, 납, 또는 이들의 합금을 사용할 수 있다.
- [0013] 상기 전해액은 과염소산의 알코올 용액 또는 황산, 염산, 질산, 인산, 옥살산의 수용액을 사용할 수 있으며, 그 농도는 0.1 ~ 3.0 M인 것이 바람직하다. 농도가 3.0 M을 초과할 시, 과전류 및 빠른 반응 속도로 인한 그래파이트의 산화가 있을 수 있고, 0.01 M 미만이면, 느린 반응 속도로 인해 그래핀을 얻는데 문제가 있을 수 있다.
- [0014] 상기 전압 및 전류량은 양극 및 음극 소재의 표면적에 비례하여 조정할 수 있으며, 예컨대 $0.1 \sim 10 \text{ cm}^2$ 의 표면적을 갖는 전극(양극 및 음극)을 사용한 경우 20 ~ 200V의 전압 하에서 0.01 ~ 0.6 A의 전류가 인가되는 것이 바람직하다.
- [0015] 상기 전해액의 온도는 0 ~ 30 °C로 유지하는 것이 바람직하다.
- [0016] 상기 제조방법에 있어서, 전해액의 원활한 전기분해를 위하여 200 ~ 500 rpm의 속도로 교반하며, 전류를 가할 수 있다.
- [0017] 상기 전기화학 방법으로 그래파이트로부터 그래핀이 박리되면, 전해액으로부터 소수성 기질에 흡착 또는 전해액을 증발시키고 그래핀을 세척, 건조하여 그래핀을 수득할 수 있다.
- [0018] 상기와 같이 제조된 그래핀은 투명 디스플레이, 플렉서블 디스플레이 분야에서 활용될 수 있다. 즉, 본 발명은 상기 방법으로 제조된 그래핀을 포함하는 디스플레이 장치에 관한 것이다.
- [0019] 이하 본 발명을 구체적인 실시예를 들어 상세히 설명하고자 하지만, 본 발명의 권리범위가 이들 실시예에 한정되는 것은 아니다.
- [0020] **실시예**
- [0021] 고배향 열분해 그래파이트(Highly Ordered Pyrolytic Graphite(HOPG), SPI supplies사 제조) 0.554g을 음극에 연결하고, 알루미늄 3.15g을 양극에 연결하여, 2.0 M의 과염소산/에탄올 용액 0.8 l에 침지하였다. 이 때 과염소산/에탄올 용액의 온도를 항온 수냉기를 통하여 약 7 °C로 조절하였으며 300 rpm으로 교반하였다.
- [0022] 상기 음극과 양극 사이에 20 V의 전압을 인가한 상태에서 0.3A의 전류를 30분 동안 가하였다. 이후, 2.0M의 과염소산/에탄올 용액을 증발시키고, 남아있는 분말을 3차례 증류수로 세척한 후 건조하여 시간당 0.01g의 그래핀을 수득하였다.
- [0023] 제조한 그래핀의 SiO₂ 기질 위에 수득된 OM 이미지를 도 2에서 나타내었다. 도 3에서는 제조한 그래핀과 고배향 열분해 그래파이트(HOPG)의 라만분광기 분석 결과를 나타내었다. 도 3의 결과에서도 나타나듯이, 고순도의 그래핀이 제조된 것을 확인할 수 있었다.

도면

도면1



도면2



도면3

