



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년12월14일

(11) 등록번호 10-1577190

(24) 등록일자 2015년12월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

H01G 11/36 (2013.01) H01G 11/86 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2014-0126673

(22) 출원일자 2014년09월23일

심사청구일자 2014년09월23일

(56) 선행기술조사문헌

H. Ahn et al., ChemComm, 2014.03.07., 50 (19), 2412-2415*

P. Karthika et al., 'Phosphorus-doped Exfoliated Graphene for Supercapacitor Electrodes,' Journal of Nanoscience and Nanotechnology, 2013. 13. 1746-1751(2013.)*

C. Zhang et al., 'Synthesis of Phosphorus-Doped Graphene and its Multifunctional applications for Oxygen Reduction Reaction and Lithium Ion Batteries,' Advanced Materials, 2013.09.20., 25(35) 4932-4937*

문현곤, 장진해, '관능기화 그래핀 및 환원된 그래핀 옥사이드의 합성과 특성분석,' 한국고분자학회, 폴리머, 2011, 제35권 제3호, 265-271쪽 (2011)*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

경희대학교 산학협력단

경기도 용인시 기흥구 덕영대로 1732 (서천동, 경희대학교 국제캠퍼스내)

(72) 발명자

박호석

경기도 용인시 기흥구 덕영대로 1732 경희대학교 공과대학 화학공학과 (서천동)

(74) 대리인

특허법인가산

전체 청구항 수 : 총 9 항

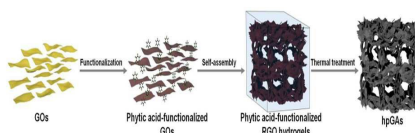
심사관 : 황승희

(54) 발명의 명칭 인 원소가 도핑된 3차원 다공성 그래핀 조립체, 이의 제조방법 및 이를 포함하는 슈퍼 커패시터

(57) 요약

본 발명은 흑연을 산화 처리하여 2차원 그래핀 산화물(graphene oxide; GO)을 제조하는 단계; 상기 2차원 그래핀 산화물에 인 원소 공급원을 처리하여 2차원 그래핀 산화물을 표면 개질하는 단계; 인 원소 공급원으로 표면 개질된 2차원 그래핀 산화물의 환원시켜 2차원 환원 그래핀 산화물(reduced graphene oxide; RGO) 하이드로겔(hydrogel)을 제조하는 단계; 상기 2차원 환원 그래핀 산화물 하이드로겔을 건조하여 인 원소 미도핑 3차원 다공성 그래핀 조립체를 제조하는 단계; 및 건조된 인 원소 미도핑 3차원 다공성 그래핀 조립체를 열처리하여 인 원소가 도핑된 3차원 다공성 그래핀 조립체를 제조하는 단계;를 포함하는 인이 함유된 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법, 이의 결과물로서, 인이 함유된 3차원 다공성 그래핀 조립체 및 이를 포함하는 슈퍼 커패시터를 제공한다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 NRF-2012R1A1A2044094

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 일반연구자지원사업

연구과제명 저온 CO₂ 포집용 계층적 다공성, 고기능화된 그래핀 기반 신개념 흡착제 개발

기 여 율 1/1

주관기관 경희대학교

연구기간 2012.09.01 ~ 2015.08.31

명세서

청구범위

청구항 1

그래핀 표면에 고르게 분포된 인 원소(phosphorus, P)를 포함하고, 상기 인 원소의 분포 영역이 탄소 원소(C)의 분포 영역과 일치되는 3 차원 다공성 그래핀 조립체.

청구항 2

삭제

청구항 3

제1 항에 따른 3차원 다공성 그래핀을 포함하는 슈퍼 커패시터.

청구항 4

흑연을 산화 처리하여 2차원 그래핀 산화물(graphene oxide; GO)을 제조하는 단계;

상기 2차원 그래핀 산화물과 인 원소 공급원을 혼합하고 제1 온도에서 열처리하여 상기 인 원소 공급원으로 표면 개질된 2 차원 그래핀 산화물을 제조하는 단계;

상기 인 원소 공급원으로 표면 개질된 2 차원 그래핀 산화물을 환원시켜 2차원 환원 그래핀 산화물(reduced graphene oxide; RGO) 하이드로겔(hydrogel)을 제조하는 단계;

상기 2차원 환원 그래핀 산화물의 하이드로겔을 동결 건조하여 인 원소 미도핑 3 차원 다공성 그래핀 조립체를 제조하는 단계; 및

동결 건조된 상기 인 원소 미도핑 3차원 다공성 그래핀 조립체를 상기 제1 온도보다 높은 제2 온도까지 열처리하여 인 원소가 도핑된 3차원 다공성 그래핀 조립체를 제조하는 단계;를 포함하는 인이 함유된 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법.

청구항 5

제4 항에 있어서,

상기 2차원 그래핀 산화물(GOs)은 브로디(Brodie)법, 스타우덴마이어(Staudenmaier)법, 또는 허머스(Hummer's)법으로 제조하는 인이 함유된 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법.

청구항 6

제4 항에 있어서,

상기 인(P) 원소 공급원은 트리페닐포스핀(triphenylphosphine), 인산(phosphoric acid), 암모늄 포스페이트(ammonium phosphate) 및 피트산(phytic acid)으로 구성된 군에서 선택된 하나 이상인 인이 함유된 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법.

청구항 7

제4 항에 있어서,

상기 2차원 그래핀 산화물(GOs)의 표면 개질은, 초음파 처리를 통해 2차원 그래핀 산화물(GOs)과 인 원소 공급원을 혼합하는 것을 포함하는 인 원소가 함유된 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법.

청구항 8

제4 항에 있어서,

표면 개질된 2차원 그래핀 산화물의 환원 단계는 에탄올과 물이 1:1 의 조성비로 혼합된 혼합 용매으로 용매가

중성화될 때까지 표면개질된 2차원 그래핀 산화물을 세척하는 인 원소가 함유된 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법.

청구항 9

제4 항에 있어서,

상기 동결건조는 액체 질소를 이용하는 인 원소가 함유된 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법.

청구항 10

제4 항에 있어서,

상기 인 원소 미도핑 3차원 다공성 그래핀 조립체(un-hpGAs)의 열처리 단계는, 상기 인 원소 미도핑 3차원 다공성 그래핀 조립체(un-hpGAs)를 실온에서부터 900 ℃까지 1 시간 동안 가열하는 것을 포함하는 인 원소가 함유된 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 인(phosphorus) 원소가 도핑된 3차원 다공성 그래핀 조립체, 이의 제조방법 및 이를 포함하는 슈퍼 커패시터에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 1985년 풀러렌(fullerene)이 처음 발견된 이후, 풀러렌, 탄소나노튜브(carbon nanotube), 그래핀(graphene)을 포함하는 흑연질 탄소 소재는 재료과학 분야에서 많은 관심을 받아왔다

[0003] 그래핀(graphene)은 sp^2 탄소원자들이 6각형의 벌집 격자를 이룬 형태의 2차원 나노시트(2D nanosheet) 단일층의 탄소 구조체를 의미하며, 2004년에 영국 Geim 연구진의 기계적 박리법으로 흑연에서 그래핀을 분리한 이후 그래핀에 관한 보고들이 지속되고 있다.

[0004] 그래핀은 체적 대비 매우 큰 비표면적과 우수한 전자전도 특성 및 물리적, 화학적 안정성으로 인해 획기적인 신소재로 각광받고 있는 물질이다.

[0005] 특히 그래핀은 높은 비표면적, 우수한 전기전도도 및 물리적 화학적 안정성으로 인해 나노 크기의 전이금속 산화물을 증착할 수 있는 효율적인 템플레이트(template)로 작용할 수 있다.

[0006] 또한, 그래핀은 리튬이온 이차 전지, 수소저장 연료전지, 슈퍼 커패시터의 전극 소재로 사용할 수 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명은 커패시턴스 값을 향상시킬 수 있는 3차원 다공성 그래핀 조립체를 제공하고자 한다.

[0008] 또한, 본 발명은 커패시턴스 값을 향상시킬 수 있는 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법을 제공하고자 한다.

[0009] 또한, 본 발명은 커패시턴스 값을 향상시킬 수 있는 3차원 다공성 그래핀 조립체를 포함하는 슈퍼 커패시터를 제공하고자 한다.

[0010] 본 발명이 해결하려는 과제들은 이상에서 언급한 과제들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

[0011] 본 발명의 일 실시예에 따른 3차원 다공성 그래핀 조립체는 인(phosphorus) 원소를 함유할 수 있다. 상기 인 원소는 그래핀 표면에 고르게 분포되어 있을 수 있다. 즉, 상기 인 원소는 3차원 다공성 그래핀 조립체의 표면을 고르게 덮고 있을 수 있다.

- [0012] 본 발명의 일 실시예에 따른 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법은, 흑연을 산화 처리하여 2차원 그래핀 산화물(graphene oxide; GOs)을 제조하는 단계; 상기 2차원 그래핀 산화물(GOs)을 인 원소 공급원으로 표면 개질하는 단계; 표면 개질된 2차원 그래핀 산화물의 환원시켜 2차원 환원 그래핀 산화물(reduced graphene oxide; RGO) 하이드로겔(hydrogel)을 제조하는 단계; 상기 2차원 환원 그래핀 산화물 하이드로겔을 건조하여 인 원소 미도핑 3차원 다공성 그래핀 조립체를 제조하는 단계; 및 건조된 인 원소 미도핑 3차원 다공성 그래핀 조립체를 열처리하여 인 원소가 도핑된 3차원 다공성 그래핀 조립체를 제조하는 단계;를 포함할 수 있다.
- [0013] 상기 2차원 그래핀 산화물은 브로디(Brodie)법, 스타우덴마이어(Staudenmaier)법, 또는 허머스(Hummer's)법 등으로 제조할 수 있다. 비제한적인 예에서, 상기 흑연은 천연흑연일 수 있다.
- [0014] 상기 2차원 그래핀 산화물의 표면 개질은, 상기 2차원 그래핀 산화물과 인 상기 원소 공급원을 혼합하고 초음파 처리하는 과정을 통해 이루어질 수 있다.
- [0015] 상기 인 원소 공급원은 트리페닐포스핀(triphenylphosphine), 인산(phosphoric acid), 암모늄 포스페이트(ammonium phosphate), 피트산(phytic acid) 등일 수 있다. 다만, 이로 제한되는 것은 아니다.
- [0016] 상기 2차원 환원 그래핀 산화물(reduced graphene oxide; RGO) 하이드로겔(hydrogel)은 인 원소 공급원으로 표면 개질된 2차원 그래핀 산화물을 에탄올과 물이 1:1의 조성비로 혼합된 혼합 용매로 상기 용매가 중성화될 때까지 세척함으로써 제조할 수 있다.
- [0017] 상기 인 원소 미도핑 3차원 다공성 그래핀 조립체는 액체 질소를 이용하여 상기 2차원 환원 그래핀 산화물 하이드로겔을 동결 건조하는 것일 수 있다.
- [0018] 인 원소 도핑 3차원 다공성 그래핀 조립체는 건조된 상기 인 원소 미도핑 3차원 다공성 그래핀 조립체를 실온에서부터 900 °C 까지 가열하여 인 원소를 도핑시킴으로써 제조할 수 있다.
- [0019] 본 발명의 일 실시예에 따른 슈퍼 커패시터는 상기 인 원소 함유 3차원 다공성 그래핀 조립체를 포함할 수 있다.
- [0020] 본 발명의 기타 구체적인 사항들은 상세한 설명 및 도면들에 포함되어 있다.

발명의 효과

- [0021] 본 발명의 실시예들에 의하면 적어도 다음과 같은 효과가 있다.
- [0022] 본 발명의 일 실시예에 따른 인 원소를 함유한 3차원 다공성 그래핀 조립체는 슈퍼 커패시터의 커패시턴스 값을 향상시킬 수 있다.
- [0023] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따른 인을 함유한 3차원 다공성 그래핀의 제조방법은, 다공성 구조의 형성과 동시에 인을 도핑시키므로, 공정성 내지 생산성을 향상시킬 수 있는 장점이 있다.
- [0024] 본 발명에 따른 효과는 이상에서 예시된 내용에 의해 제한되지 않으며, 더욱 다양한 효과들이 본 명세서 내에 포함되어 있다.

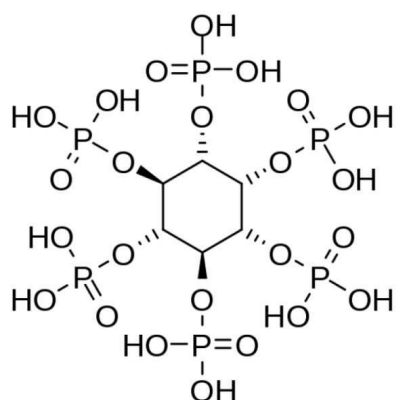
도면의 간단한 설명

- [0025] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 인 원소를 함유한 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법을 모식적으로 도시한 것이다.
- 도 2는 인 원소가 도핑된 3차원 다공성 그래핀 조립체의 SEM 사진이다.
- 도 3은 인 원소가 도핑된 3차원 다공성 그래핀 조립체의 TEM 사진 및 인 원소의 분포도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0026] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다.

- [0027] 이하, 첨부된 도면과 실험예들을 참고로 하여 본 발명의 실시예들에 대해 설명한다.
- [0028] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 인 원소를 함유한 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법을 모식적으로 도시한 것이다.
- [0029] 도 1을 참고하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법은, 흑연을 산화 처리하여 2차원 그래핀 산화물(graphene oxide; GOs)을 제조하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0030] 상기 2차원 그래핀 산화물은 천연흑연을 산화 처리하여 제조할 수 있다. 상기 산화 처리는 강산에 의해 수행될 수 있고, 비제한적인 예에서, 상기 강산은 염산(HCl)일 수 있다.
- [0031] 그래파이트 산화물(graphite oxide)은 강산으로 산화 처리를 함으로써 그래파이트 층상구조를 이루고 있는 그래핀 층(layer)의 표면에 다양한 산소 작용기를 도입한 물질로서 화학적 환원법 혹은 열적 박리법을 통해 그래핀을 대량으로 합성할 때 전구체로 사용되는 물질이다.
- [0032] 상기 그래파이트 산화물의 경우 그래핀과는 달리 표면에 존재하는 다양한 산소 작용기 때문에 다른 용액에 도포 후 초음파 처리를 할 경우 2차원 그래핀 산화물 단일층(single layer graphite oxide) 혹은 2차원 그래핀 산화물(graphene oxide)로 쉽게 분산이 되는 성질을 갖고 있다.
- [0033] 상기 산소 작용기는, 비제한적인 예에서, 에폭시기(epoxy group), 수산기(hydroxyl group), 카르보닐기(carbonyl group), 또는 카르복실산기(carboxylic acid group)일 수 있다.
- [0034] 이러한 산소 작용기들은 물을 포함한 여러 종류의 극성 유기 용매에 대한 상기 2차원 그래핀 산화물의 분산성을 향상시킬 수 있다.
- [0035] 상기 2차원 그래핀 산화물은 브로디(Brodie)법, 스타우덴마이어(Staudenmaier)법, 또는 허머스(Hummer's)법 등으로 제조할 수 있다.
- [0036] 상기 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법은, 상기 2차원 그래핀 산화물에 인 원소 공급원을 처리하여 2차원 그래핀 산화물을 표면 개질하는 단계를 포함할 수 있다. 즉, 상기 2차원 그래핀 산화물은 인 원소 공급원으로 기능화될 수 있다.
- [0037] 상기 인 원소 공급원은 상기 산소 작용기들과 화학적으로 결합하여 상기 2차원 그래핀 산화물의 표면을 개질하는 역할을 할 수 있다.
- [0038] 상기 인 원소 공급원은 트리페닐포스핀(triphenylphosphine), 인산(phosphoric acid), 암모늄 포스페이트(ammonium phosphate), 피트산(phytic acid) 등일 수 있다.
- [0039] 비제한적인 구체적인 실시예에서, 상기 인 원소 공급원은 하기 화학식 (1)로 표현되는 피트산(phytic acid)일 수 있다. 피트산은 실온에서 용액 상태로 존재하므로, 2차원 그래핀 산화물과 실온에서 균질하게 혼합하기에 유리한 장점이 있다. 상기 2차원 그래핀 산화물을 피트산과 실온에서 혼합하고 초음파 처리함으로써 균질 혼합물 용액을 제조할 수 있다.
- [0040] <화학식 (1)>



- [0041]
- [0042] 상기 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법은, 인 원소 공급원으로 표면 개질된 2차원 그래핀 산화물의 환원

시켜 2차원 환원 그래핀 산화물(reduced graphene oxide; RGO) 하이드로겔(hydrogel)을 제조하는 단계를 포함할 수 있다.

[0043] 상기 인 원소로 표면 개질된 2차원 그래핀 산화물의 환원은 에탄올과 물이 1:1의 조성비로 혼합된 혼합 용매로 용매가 중성화될 때까지 표면개질된 2차원 그래핀 산화물을 세척함으로써 이루어질 수 있다.

[0044] 상기 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법은, 상기 2차원 환원 그래핀 산화물 하이드로겔을 건조하여 인 원소 미도핑 3차원 다공성 그래핀 조립체를 제조하는 단계를 포함할 수 있다.

[0045] 상기 2차원 환원 그래핀 산화물(RGOs) 하이드로겔의 건조는 액체 질소를 이용하여 상기 2차원 환원 그래핀 산화물 하이드로겔(RGOs)을 동결 건조하는 것일 수 있다. 상기 동결 건조는 3일 동안 이루어질 수 있다.

[0046] 상기 3차원 다공성 그래핀 조립체의 제조방법은, 건조된 인 원소 미도핑 3차원 다공성 그래핀 조립체를 열처리하여 인 원소가 도핑된 3차원 다공성 그래핀 조립체를 제조하는 단계;를 포함할 수 있다.

[0047] 인 원소를 도핑시키기 위해서 상기 인 원소 미도핑 3차원 다공성 그래핀 조립체(un-hpGAs)를 실온에서부터 900℃까지 1시간 동안 가열할 수 있다.

[0048] 도 2는 인 원소가 도핑된 3차원 다공성 그래핀 조립체의 주사 전자 현미경(scanning electron microscope, SEM) 사진이다. 도 2를 참고하면, 3차원 다공성 그래핀 조립체는 그래핀이 3차원 상에서 서로 연결되도록 조립되어 있고, 표면과 내부에는 3차원 상에서 서로 연통된 다수의 기공들이 존재함을 확인할 수 있다.

[0049] 도 3은 투과전자현미경(transmission electron microscope, TEM) 사진 및 인 원소의 분포도이다.

[0050] 도 3을 참고하면, 탄소 원소(C)의 분포 영역과 인 원소(P)의 분포 영역이 일치함을 확인할 수 있다. 이로부터 인 원소(P)가 3차원 다공성 그래핀 조립체의 표면에 고르게 분포되어 있음을 확인할 수 있다.

[0051] 본 발명의 일 실시예에 따른 슈퍼 커패시터는 상기한 3차원 다공성 그래핀 조립체를 포함할 수 있다.

[0052] 실시예 1

[0053] 2차원 그래핀 산화물(GOs) 0.48 mg과 2% 피트산 0.96 mg을 포함하는 균질 혼합물 용액 16 mL를 실온에서 1시간 동안 초음파 처리하였다. 상기 혼합물 용액을 20 mL 테플론이 코팅된 오토클레이브(Teflon-lined autoclave)에 넣고 180℃에서 10시간 동안 밀봉하였다.

[0054] 오토클레이브의 온도를 실온까지 냉각시킨 후, 생산된 검은색의 원통형 겔(gel)을 조성비가 1:1인 에탄올과 물의 혼합 용액으로 용매가 중성화될 때까지 세척하여 피트산으로 기능화된 2차원 환원 그래핀 산화물(RGOs) 하이드로겔을 얻었다.

[0055] 액체 질소를 이용하여 피트산으로 기능화된 RGOs 하이드로겔을 3일 동안 동결 건조하여 인 원소 비도핑 3차원 다공성 그래핀 조립체(un-hpGAs)를 얻었다.

[0056] un-hpGAs를 노(furnace) 튜브(tube)의 중앙에 위치시킨 후, 비활성 질소 분위기 하에서, 900℃까지 1시간 동안 가열하였다. 비활성 질소의 유속(flow rate)은 200 cc/min이고, 가열 속도(heating rate)는 10℃/min이었다. 가열 시와 동일한 조건의 비활성 질소 분위기하에서 실온까지 냉각시켜 인 원소가 도핑된 3차원 다공성 그래핀 조립체(hpGAs)를 얻었다.

[0057] 비교예 1

[0058] 2차원 그래핀 산화물(GO) 0.48 mg과 증류수 0.96 mg을 포함하는 균질 혼합물 용액 16 mL를 실온에서 1시간 동안 초음파 처리하였다. 상기 혼합물 용액을 20 mL 테플론이 코팅된 오토클레이브(Teflon-lined autoclave)에 넣고 180℃에서 10시간 동안 밀봉하였다.

[0059] 오토클레이브의 온도를 실온까지 냉각시킨 후, 생산된 검은색의 원통형 겔(gel)을 조성비가 1:1인 에탄올과 물의 혼합 용액으로 용매가 중성화될 때까지 세척하여 환원된 2차원 그래핀 산화물(RGOs) 하이드로겔을 얻었다.

[0060] 비교예 2

[0061] 액체 질소를 이용하여 비교예1의 RGOs 하이드로겔을 3일 동안 동결 건조하여 3차원 다공성 그래핀 조립체(GAs)

를 얻었다.

비교예 3

2차원 그래핀 산화물(GOs) 0.48 mg과 2% 피트산 0.96 mg을 포함하는 균질 혼합물 용액 16 mL 를 실온에서 1 시간 동안 초음파 처리하였다. 상기 혼합물 용액을 20 mL 테플론이 코팅된 오토클레이브(Teflon-lined autoclave)에 넣고 180 °C 에서 10 시간 동안 밀봉하였다.

오토클레이브의 온도를 실온까지 냉각시킨 후, 생산된 검은색의 원통형 겔(gel)을 조성비가 1:1인 에탄올과 물의 혼합 용액으로 용매가 증성화될 때까지 세척하여 피트산으로 기능화된 2차원 환원 그래핀 산화물(RGOs) 하이드로겔을 얻었다.

액체 질소를 이용하여 피트산으로 기능화된 RGOs 하이드로겔을 3일 동안 동결 건조하여 인 원소 비도핑 3차원 다공성 그래핀 조립체(un-hpGAs)를 얻었다.

실험예 1

실시예 1, 비교예 1 내지 3을 이용하여 커패시턴스를 측정하였다. CV 측정(CV measurement)은 3 전극 시스템을 이용하여 수행하였다. hpGAs는 작업 전극(working electrode)으로 사용되었고, Ag/AgCl은 기준 전극(reference electrode)으로 사용되었으며, Pt가 상대 전극(counter electrode)으로 사용되었다. 1M의 황산(H₂SO₄) 수용액을 전해질로 사용하였다. 작업 전극은 티타늄(Ti)으로 구성된 전류 집전체에 2 mg의 hpGAs를 부착하고 80 °C의 진공 오븐 내에서 밤새도록 건조하여 불순물을 제거한 후 사용하였다. 모든 전위는 Ag/AgCl 기준 전극을 기준으로 하였다.

표 1

sample	Capacitance (F/g, 1A/g)
실시예1(hpGAs)	352
비교예1(RGOs)	128
비교예2(GAs)	210
비교예3(un-hpGAs)	270

실험예 2

정전류 충방전 곡선들은 전류 집전체들 사이에 전해질이 함침된 분리막이 개재되고 클램핑(clamping)된 대칭적인 두 개의 전극 구조 시스템을 이용하여 1.0 A/g로부터 28.0 A/g까지의 특정 전류에서 측정되었다. 상기 대칭적인 두 개의 전극 구조 시스템은 측정 전에 실온에서 건조되었다. 전류 집전체로 사용된 활물질들은 hpGAs를 동일 질량의 두 조각으로 슬라이싱(slicing)하여 준비하였고, 분리막은 왓만 글라스 마이크로파이버 필터(Whatman glass microfiber filter)가 사용되었고, 전해질은 1M의 황산(H₂SO₄) 수용액이 사용되었다.

전극의 비정전용량은 하기 식(1)로 계산될 수 있다.

$$CS = I / m (\Delta V / \Delta t) \quad (1)$$

이 때, I는 전류 밀도(current density), m은 전극의 무게, $\Delta V / \Delta t$ 는 IR 강하 후 방전 기울기(slope)이다.

표 2

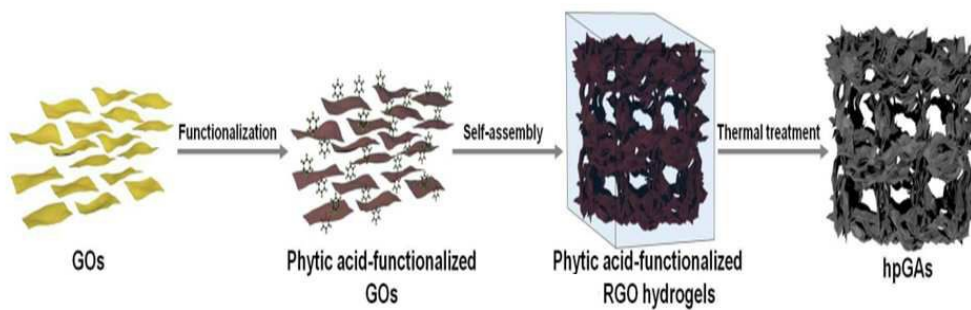
시료	Rate stability (1A/g to 28A/g)	Cyclic stability (3000 cycles)
실시예1(hpGAs)	85%	91.6%
비교예1(RGOs)	53%	-
비교예2(GAs)	72%	84.9%
비교예3(un-hpGAs)	84.2%	87.7%

[0075]

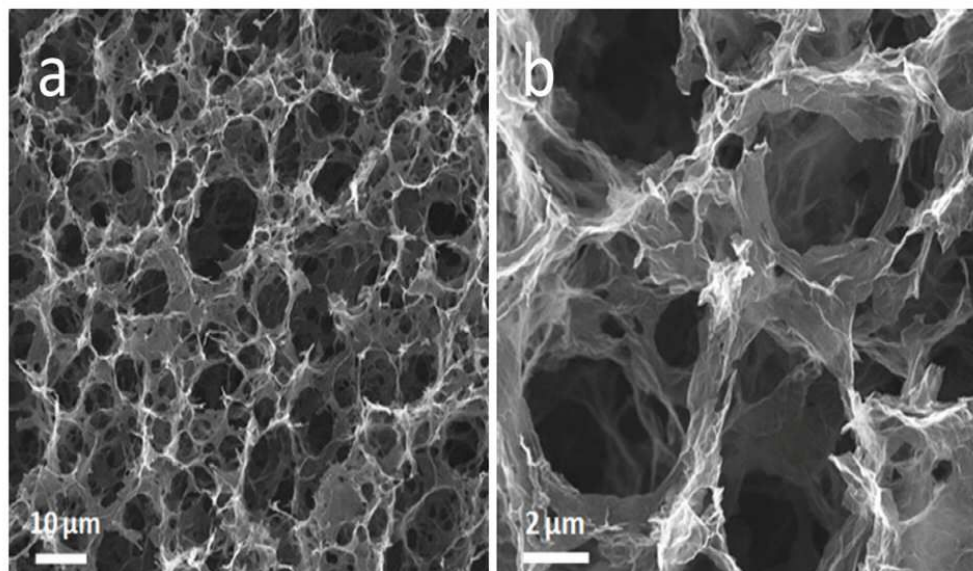
이상 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시예를 설명하였지만, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명이 그 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

도면

도면1



도면2



도면3

