(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2015-0114006
(43) 공개일자 2015년10월12일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01J 20/02 (2006.01) *B01D 53/02* (2006.01)
B01J 20/06 (2006.01) *B01J 20/28* (2006.01)
B01J 20/30 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-0037210
(22) 출원일자 2014년03월28일
심사청구일자 없음

(71) 출원인
경희대학교 산학협력단
경기도 용인시 기흥구 덕영대로 1732 (서천동, 경희대학교 국제캠퍼스내)
(72) 발명자
박호석
경기 용인시 기흥구 덕영대로 1732, 화학공학과 공학관 301호 (서천동, 경희대학교)
(74) 대리인
유미특허법인

전체 청구항 수 : 총 12 항

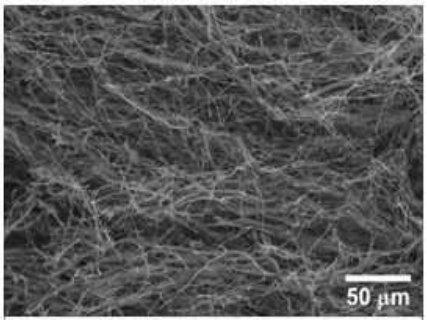
(54) 발명의 명칭 **3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체, 이의 제조 방법, 및 가스 흡착제**

(57) 요 약

산화 그래핀의 나노 시트와 전이 금속 디칼코게나이드가 교대로 적층되는 복합체, 및 기공을 포함하고,

상기 기공은 상기 산화 그래핀의 나노 시트와 상기 전이 금속 디칼코게나이드의 나노 시트 상에 랜덤하게 배치되어 3차원의 형상을 이루는 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체, 이의 제조 방법 및 이를 포함하는 가스 흡착제가 제공된다.

대 표 도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	20090063004, NRF-2010-C1AAA001-0029018
부처명	미래창조과학부
연구관리전문기관	한국연구재단
연구사업명	기후변화대응기술개발사업
연구과제명	분자 수준에서 탄소나노소재의 기능화를 통한 고성능 음극 소재 개발
기 여 율	1/1
주관기관	경희대학교 산학협력단
연구기간	2010.09.30~2014.09.29

명 세 서

청구범위

청구항 1

산화 그래핀의 나노 시트와 전이 금속 디칼코게나이드가 교대로 적층되는 복합체, 및

기공을 포함하고,

상기 기공은 상기 산화 그래핀의 나노 시트와 상기 전이 금속 디칼코게나이드의 나노 시트 상에 랜덤하게 배치되어 3차원의 형상을 이루는 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체.

청구항 2

제1항에 있어서,

밀도가 5 mg/cm^3 내지 20 mg/cm^3인 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체.

청구항 3

제1항에 있어서,

공극율이 99 내지 99.9%인 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 전이 금속 디칼코게나이드는 전이금속 디설파이드 화합물인 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 전이 금속 디칼코게나이드는 MoS_2, WS_2, 또는 이들의 조합인 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체.

청구항 6

산화그래핀을 박리/분산하여 산화그래핀 분산 용액을 제조하는 단계;

전이금속 디칼코게나이드를 박리/분산하여 전이금속 디칼코게나이드 분산 용액을 제조하는 단계;

상기 산화그래핀 분산 용액 및 전이금속 디칼코게나이드 분산 용액을 혼합한 후, 분산하여 혼합 분산 용액을 제조하는 단계;

상기 혼합 분산 용액을 용기에 담아 액체 질소로 동결시키는 단계; 및

상기 동결된 혼합 분산 용액을 동결 건조하여 분산매를 제거하는 단계를 포함하는 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 제조 방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 산화그래핀을 박리/분산하여 산화그래핀 분산 용액을 제조하는 단계는, 산화 그래핀을 증류수에서 30분 내지 2시간 동안 초음파 분산 처리함으로써 수행되는 것인 3차원의 다공성의 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 제조 방법.

청구항 8

제6항에 있어서,

상기 전이금속 디칼코게나이드를 박리/분산하여 전이금속 디칼코게나이드 분산 용액을 제조하는 단계는,

전이금속 디칼코게나이드를 n-부틸리튬(n-butyl lithium)에 용해하여 80 내지 120℃의 온도에서 70 내지 80 시간 동안 반응하여 분산액을 제조하는 단계; 및

상기 분산액을 여과 및 원심분리하여 미분산된 전이금속 디칼코게나이드를제거하는 단계를 포함하는 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 제조 방법.

청구항 9

제6항에 있어서,

상기 산화그래핀은 상기 전이 금속 디칼코게나이드에 대하여 5 내지 25의 중량비로 혼합되는 것인 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 제조 방법.

청구항 10

제6항에 있어서,

상기 혼합 분산 용액을 용기에 담아 액체 질소로 동결시키는 단계는, -180℃ 내지 -200℃의 온도에서 30분 내지 1시간 동안 수행되는 것인 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 제조 방법.

청구항 11

제6항에 있어서,

상기 동결된 혼합 분산 용액을 동결 건조하여 분산매를 제거하는 단계는, -60℃ 내지 -55℃의 온도에서 40 내지 50 시간 동안 수행되는 것인 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 제조 방법.

청구항 12

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 따른 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체를 포함하는 가스 흡착제.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 기재는 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체, 이의 제조 방법, 및 가스 흡착제에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 현재까지 실내공간내의 존재하는 유기화합물을 제거할 수 있는 흡착제로는 활성탄 및 소수성 제올라이트를 주로 사용하였다. 또한 수분의 흡착 소재로 제올라이트, 메조포러스 및 클레이 등의 무기계 다공성소재가 주로 보고되어 있다 (Microporous and Mesoporous Materials 114 (2008) 1-6). 활성탄은 미세동공이 발달되어 비표면적이 매우 크고, 비극성 분자에 대한 흡착력이 강하여 배기가스 제거, 냄새제거 및 탈색 효과가 우수한 반면, 제올라이트는 3 내지 10 Å 정도의 세공직경을 갖는 친수성 흡착제로서 일산화탄소, 이산화탄소 및 수분 흡착특성이 강한 특성을 갖는다. 하지만 휘발성 유기화합물의 흡착력을 높이기 위해 소수성 흡착제를 사용하기 때문에 물이 포함된 휘발성 유기화합물을 효과적으로 흡착하여 제거하는데 한계가 있다.

[0003] 따라서 극성의 물과 비극성의 유기화합물을 동시에 제거할 수 있는 흡착제의 개발이 하나의 중요한 과제가 되고 있다. 한편, 한국등록특허 806586은 저온에서의 흡착 및 탈착을 할 수 있는 다공성 유무기 복합체를 제공하고 있지만, 표면적이 1,000 m^2 이상, 세공부피 1.0 mL/g 이상으로 결정화해야 하기 때문에 추가 정제공정에 의한 제조 공정비용이 매우 높아지는 단점이 있었다. 또한, 상기 흡착제는 상대습도가 높은 경우에는 충분한 흡착 능력을 발휘하지만, 상대습도가 낮은 경우에는 흡착능력이 떨어지는 단점이 있었다.

[0004] WO 2004/113227 에는 제올라이트를 포함하는 흡착제 및 이를 포함하는 제습 장치 및 히트 펌프 등이 기술되어 있다. 수분 흡착제를 적용하는 제습기, 건조기, 히트펌프 등 시스템에서 효율을 높이는 방법은 시스템 최적화하는 방법 또는 운전조건을 최적화하는 방법이 있다. 그러나, 상기 방법들은 시스템의 효율을 높이는 근본적인 해결방안은 될 수 없으며, 저온에서 탈착 재생이 가능하고, 높은 흡착량과 흡착속도를 갖는 혁신적 수분 흡착제를 개발하는 것이 필요하다.

[0005] 이에, 본 발명자들은 그래핀과 전이금속 디칼코게나이드를 포함하는 3차원의 다공성 복합체를 흡착제로 이용하여 소수성/친수성 가스 흡착에 유용한 재료를 개발하고자 하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명의 일 구현예는 소수성/친수성 가스 흡착에 유용한 3차원의 다공성산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체를 제공하기 위한 것이다.

[0007] 본 발명의 다른 일 구현예는 상기 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 제조 방법을 제공하기 위한 것이다.

[0008] 본 발명의 또 다른 일 구현예는 상기 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체를 포함하는 가스 흡착제를 제공하기 위한 것이다.

과제의 해결 수단

[0009] 본 발명의 일 구현예는 산화 그래핀의 나노 시트와 전이 금속 디칼코게나이드가 교대로 적층되는 복합체, 및 기공을 포함하고,

[0010] 상기 기공은 상기 산화 그래핀의 나노 시트와 상기 전이 금속 디칼코게나이드의 나노 시트 상에 랜덤하게 배치되어 3차원의 형상을 이루는 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체를 제공한다.

[0011] 상기 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체는 밀도가 5 mg/cm^3 내지 20 mg/cm^3 일 수 있다.

[0012] 상기 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체는 공극율이 99 내지 99.9% 일 수 있다.

[0013] 상기 전이 금속 디칼코게나이드는 전이금속 디설파이드 화합물일 수 있다.

[0014] 상기 전이 금속 디칼코게나이드는 MoS_2, WS_2, 또는 이들의 조합일 수 있다.

[0015] 본 발명의 다른 일 구현예는 산화그래핀을 박리/분산하여 산화그래핀 분산 용액을 제조하는 단계;

[0016] 전이금속 디칼코게나이드를 박리/분산하여 전이금속 디칼코게나이드 분산 용액을 제조하는 단계;

[0017] 상기 산화그래핀 분산 용액 및 전이금속 디칼코게나이드 분산 용액을 혼합한 후, 분산하여 혼합 분산 용액을 제조하는 단계;

[0018] 상기 혼합 분산 용액을 용기에 담아 액체 질소로 동결시키는 단계; 및

[0019] 상기 동결된 혼합 분산 용액을 동결 건조하여 분산매를 제거하는 단계를 포함하는 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 제조방법을 제공한다.

[0020] 상기 산화그래핀을 박리/분산하여 산화그래핀 분산 용액을 제조하는 단계는, 산화 그래핀을 증류수에서 30분 내지 2시간 동안 초음파 분산 처리함으로써 수행될 수 있다.

[0021] 상기 전이금속 디칼코게나이드를 박리/분산하여 전이금속 디칼코게나이드 분산 용액을 제조하는 단계는,

[0022] 전이금속 디칼코게나이드를 n-부틸리튬(n-butyl lithium)에 용해하여 80℃ 내지 120℃의 온도에서 70 시간 내지 80 시간 동안 반응시켜 분산액을 제조하는 단계; 및

[0023] 상기 분산액을 여과 및 원심분리하여 미분산된 전이금속 디칼코게나이드를제거하는 단계를 포함할 수 있다.

[0024] 상기 산화그래핀은 상기 전이 금속 디칼코게나이드에 대하여 5 내지 25의 중량비로 혼합될 수 있다.

[0025] 상기 혼합 분산 용액을 용기에 담아 액체 질소로 동결시키는 단계는, -180℃ 내지 -200℃의 온도에서 30분 내지 1시간 동안 수행될 수 있다.

[0026] 상기 동결된 혼합 분산 용액을 동결 건조하여 분산매를 제거하는 단계는, -60℃ 내지 -55℃의 온도에서 40 내지 50 시간 동안 수행될 수 있다.

[0027] 본 발명의 또 다른 일 구현예는 전술한 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체를 포함하는 가스 흡착제를 제공한다.

발명의 효과

[0028] 소수성/친수성 가스 흡착에 유용한 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체, 이의 제조 방법, 및 이를 포함하는 가스 흡착제를 구현할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0029] 도 1 및 2는 본 발명의 일 구현예에 따른 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 SEM 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 3은 본 발명의 일 구현예에 따른 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 TEM 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 4 내지 8은 본 발명의 일 구현예에 따른 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 EDS를 이용한 성분 분석 결과이다.

도 9는 본 발명의 일 구현예에 따른 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 가스 흡착 결과를 나타낸 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0030] 이하, 본 발명의 구현예를 상세히 설명하기로 한다. 다만, 이는 예시로서 제시되는 것으로, 이에 의해 본 발명이 제한되지는 않으며 본 발명은 후술할 청구범위의 범주에 의해 정의될 뿐이다.

[0031] 일 구현예에 따른 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체는 산화 그래핀의 나노 시트와 전이 금속 디칼코게나이드가 교대로 적층되는 복합체, 및 기공을 포함하고,

[0032] 상기 기공은 상기 산화 그래핀의 나노 시트와 상기 전이 금속 디칼코게나이드의 나노 시트 상에 랜덤하게 배치되어 3차원의 형상을 이루는 것일 수 있다.

[0033] 본 발명에 있어서, 산화 그래핀 나노 시트는 그래핀 옥사이드, 그래파이트 옥사이드 등과 같은 단일층 또는 다층 그래핀 또는 그래파이트 산화물과, 그 환원물, 그리고 합성을 통해 제조된 그래핀 또는 그래파이트, 팽창된 그래파이트로부터 박리된 그래핀 등과 같이 그래핀 또는 그래파이트 등의 2차원 구조의 탄소 동소체 등을 포함할 수 있다.

[0034] 상기 산화 그래핀의 나노 시트는 허니콤 구조의 기공을 다수 포함할 수 있다.

[0035] 본 발명의 일 구현예에 따른 전이 금속 디칼코게나이드의 나노 시트는 상기 산화 그래핀의 나노 시트 표면에 결합되고, 상기 산화 그래핀의 나노 시트와 유사하게 허니콤 구조의 기공을 다수 포함할 수 있다.

[0036] 상기 기공은 산화 그래핀과 전이금속 디칼코게나이드의 내부에 존재하는 것과, 분산매가 제거된 자리에 형성되는 것을 모두 포함할 수 있다.

[0037] 본 발명의 일 구현예에 따른 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체는 기공을 포함하는 산화그래핀의 나노 시트, 및 기공을 포함하는 전이 금속 디칼코게나이드의 나노 시트를 포함하고 동결 건조에 의해 분산매가 제거된 자리에 기공을 포함함으로써, 다수의 기공을 포함하는 다공성의 구조일 수 있다.

[0038] 또한, 상기 산화 그래핀의 나노 시트와 상기 전이금속 디칼코게나이드의 나노 시트는 각각 일 방향성을 가지고 적층되고, 다수의 기공은 다양한 방향성을 가지고 랜덤하게 배치됨으로써 다양한 기공 크기 및 형상을 포함하는 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체를 구현할 수 있다.

[0039] 상기 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 밀도는 5 mg/cm^3 내지 20 mg/cm^3, 구체적으로는 5

mg/cm^3 내지 15 mg/cm^3 일 수 있다.

[0040] 상기 밀도는 최종 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드의 부피 및 무게를 측정하여 계산한 값이다.

[0041] 상기 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드의 밀도는 동일 무게 대비 산화 그래핀의 밀도 보다 낮은 값이다. 이는, 동일 무게 대비 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드의 부피가 더 크다는 것을 의미하며, 이로 인하여 가스가 흡착될 수 있는 표면적의 증가를 기대할 수 있다.

[0042] 상기 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 공극율은 99% 이상일 수 있다. 구체적으로는 99 내지 99.9%일 수 있다.

[0043] 상기 공극율은 하기 식 1에 따라 계산하였다.

[0044] [식 1]

[0045] [산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 밀도 /(산화 그래핀의 밀도×wt% + 전이금속 디칼코게나이드의 밀도×wt%)] ×100

[0046] 공극율이 상기 범위 내인 경우, 비표면적이 비약적으로 증가되어, 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 가스 흡착능을 극대화 시킬 수 있다.

[0047] 상기 전이금속 디칼코게나이드는 구체적으로, 전이금속 디설파이드일 수 있고, 가장 구체적으로는 MoS_2, WS_2, 또는 이들의 조합일 수 있다.

[0048] 전이금속 디칼코게나이드는 전이금속 산화물과 달리 판상구조를 가지고 있으며 이를 나노판상체로 박리하여 산화그래핀의 나노 시트와 2차원 표면 결합함으로써 비표면적을 비약적으로 증가시킬 수 있으며 이러한 2차원 복합체를 3차원 형상으로 조립함으로써 기공성 또한 비약적으로 증가시킬 수 있다.

[0049] 본 발명의 다른 일 구현예에 따른 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 제조 방법은, 산화그래핀을 박리/분산하여 산화그래핀 분산 용액을 제조하는 단계; 전이금속 디칼코게나이드를 박리/분산하여 전이금속 디칼코게나이드 분산 용액을 제조하는 단계; 상기 산화그래핀 분산 용액 및 전이금속 디칼코게나이드 분산 용액을 혼합한 후, 분산하여 혼합 분산 용액을 제조하는 단계; 상기 혼합 분산 용액을 용기에 담아 액체 질소로 동결시키는 단계; 및 상기 동결된 혼합 분산 용액을 동결 건조하여 분산매를 제거하는 단계를 포함할 수 있다.

[0050] 본 발명의 일 구현예에 따른 제조 방법에서 혼합 분산 용액을 목적하는 바에 따라 적절한 부피 및 모양을 갖는 용기에 담아 동결시키고, 이를 동결 건조함으로써, 원하는 부피와 모양을 갖는 가스 흡착 시스템을 구현할 수 있다.

[0051] 상기 산화그래핀을 박리/분산하여 산화그래핀 분산 용액을 제조하는 단계는, 산화 그래핀을 증류수에서 30분 내지 2시간 동안 초음파 분산 처리함으로써 수행될 수 있다.

[0052] 상기 전이금속 디칼코게나이드를 박리/분산하여 전이금속 디칼코게나이드 분산 용액을 제조하는 단계는, 전이금속 디칼코게나이드를 n-부틸리튬(n-butyl lithium)에 용해하여 80 내지 120℃의 온도에서 70 내지 80 시간 동안 반응하여분산액을 제조하는 단계; 및 상기 분산액을 여과 및 원심분리하여 미분산된 전이금속 디칼코게나이드를 제거하는 단계를 포함할 수 있다.

[0053] 상기 전이금속 디칼코게나이드를 n-부틸리튬(n-butyl lithium)에 용해하여 분산하는 방법은, 리튬 이온이 전이금속 디칼코게나이드의 층간 또는 내부에 삽입/탈리됨으로써 상기 전이금속 디칼코게나이드가 박리되고, 그래핀과 유사한 허니콤 구조의 다공성 구조를 갖게 된다.

[0054] 그래핀 코팅층이 상기 범위 내인 경우, 최종 3차원 나노 복합체의 비표면적을 효율적으로 증가시킬 수 있다.

[0055] 상기 산화그래핀은 상기 전이 금속 디칼코게나이드에 대하여 5 내지 25의 중량비로 혼합될 수 있다.

[0056] 산화 그래핀 및 전이 금속 디칼코게나이드의 혼합비가 상기와 같은 경우, 효율적인 표면 결합이 가능해지므로, 다공성의 3차원 나노 복합체를 효과적으로 제조할 수 있다.

[0057] 상기 혼합 분산 용액을 용기에 담아 액체 질소로 동결시키는 단계는, -180℃ 내지 -200℃의 온도에서 30분 내지 1시간 동안 수행될 수 있다.

[0058] 액체 질소의 기화 온도가 약 -196℃이므로, 상기 동결 단계는 -180℃ 내지 -200℃, 구체적으로는 190℃ 내지 200℃에서 수행될 수 있다.

[0059] 상기 온도 범위에서는 본 발명의 일 구현예에 따라 사용되는 분산매가 충분히 동결될 수 있다. 상기 온도 범위에서 동결될 수 있는 분산매로는 산화 그래핀과 전이금속 디칼코게나이드와의 반응성 및 공정 용이성을 고려할 때, 증류수가 가장 바람직하다. 그러나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0060] 상기 동결된 혼합 분산 용액에서 분산매는 동결 건조에 의해 제거될 수 있다. 동결 건조는 -60℃ 내지 -55℃의 온도에서 40 내지 50 시간 동안 수행될 수 있다.

[0061] 동결 건조로 분산매가 제거됨으로써, 산화 그래핀과 전이금속 디칼코게나이드 자체에 존재하는 기공 외에 분산매가 제거된 자리에 추가로 기공이 형성됨으로써, 표면적을 증가시킬 수 있다. 증가된 표면적으로 인하여 가스 흡착능이 향상될 수 있다.

[0062] 또 다른 일 구현예에 따르면, 전술한 3차원의 다공성 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체를 포함하는 가스 흡착제가 제공된다.

[0063] 이하 본 발명의 구체적인 실시예들을 기재한다. 다만, 하기에 기재된 실시예들은 본 발명을 구체적으로 예시하거나 설명하기 위한 것에 불과하며, 이로서 본 발명이 제한되어서는 아니된다.

[0064] 또한, 여기에 기재되지 않은 내용은 이 기술 분야에서 숙련된 자이면 충분히 기술적으로 유추할 수 있는 것이므로 그 설명을 생략한다.

[0065] **실시예 1**

[0066] 일정량의 WS_2를 n-헥산에 용해하고, 90℃에서 n-부틸리튬을 첨가하여 약 72시간 동안 교반하여 WS_2 분산 용액을 제조하였다.

[0067] 상기 WS_2 분산 용액을 필터링하고, n-헥산으로 세척한 후, 증류수를 분산매로 하여 약 3시간 동안 초음파 분산 처리 하였다.

[0068] 초음파 분산 처리 시킨 0.2mg/mL의 WS_2 분산 용액을 3000 rpm의 회전 속도로 약 1시간 동안 원심 분리하는 과정을 3회 이상 수행하여 미분산된 WS_2를 제거하였다.

[0069] 산화그래핀 (graphene oxide, GO)을 약 0.5 mg/mL의 농도가 되도록 하여 증류수에서 약 1시간 이상 초음파 분산 처리 하였다.

[0070] 상기 WS_2 분산 용액과 산화그래핀 분산 용액을 혼합하여 약 20분 동안 교반시켜 혼합 분산 용액을 제조하였다.

[0071] 이 때 WS_2와 산화그래핀의 혼합 중량비는 약 1:25 에서 1:5의 범위이었다.

[0072] 상기 혼합 분산 용액을 적절한 형태와 부피의 용기에 담아 액체 질소 하에서 약 30분 동안 동결시켰다.

[0073] 상기 동결된 혼합 분산 용액을 약 -60℃에서 -55℃에서 48시간 동안 동결건조하여 분산매인 증류수를 제거하여 3차원의 다공성 산화 그래핀-WS_2 나노 복합체를 제조하였다.

[0074] **비교예 1**

[0075] *J. Am. Chem. Soc.* 2001, 123, 11813에 기재된 제조 방법에 따라 MoS_2 나노튜브를 제조하였다.

[0076] **비교예 2**

[0077] *Energy Environ. Sci.* 2012, 5, 7072에 기재된 제조 방법에 따라 BN 중공체를 제조하였다.

[0078] **평가 1: 다공성의 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 형태 분석**

[0079] 실시예 1에 따른 다공성의 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 구조 분석을 SEM(LEO SUPRA 55, ZEISS)를 사용하여 측정한 결과를 하기 도 1 및 2에 나타내었다.

[0080] 도 1 및 2는 실시예 1에 따른 다공성의 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 SEM 분석 결과를 나타낸 것이다.

[0081] 도 1 및 도 2를 참고하면, 3차원의 다공성 나노 복합체를 확인할 수 있다.

[0082] **평가 2: 다공성의 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 표면분석**

[0083] 실시예 1에 따른 다공성의 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 표면 구조 분석을 TEM(JEM-ARM200F, JEOL)를 사용하여 측정한 결과를 하기 도 4에 나타내었다.

[0084] 도 3은 실시예 1에 따른 다공성의 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 TEM 분석 결과를 나타낸 것이다.

[0085] 도 3을 참고하면, 매우 얇은 산화 그래핀의 표면 위에 박리된 전이금속 디칼코게니드 나노시트가 균일하게 표면결합되어 있음을 확인할 수 있다.

[0086] **평가 3: 다공성의 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 표면분석**

[0087] 실시예 1에 따른 다공성의 산화 그래핀-전이금속 디칼코게나이드 나노 복합체의 성분 분석을 EDS(energy-dispersive x-ray spectroscopy(JEM-ARM200F, JEOL)를 사용하여 측정한 결과를 하기 도 4 내지 8에 나타내었다.

[0088] 도 4 내지 8은 EDS를 이용한 3차원 그래핀 나노 구조체의 성분 분석 결과를 나타낸 그래프이다.

[0089] 도 4 내지 8을 참고하면, 산화그래핀 표면위에 전이금속 디컬코게니드 나노시트가 균일하게 표면결합되어 있음을 확인할 수 있다.

[0090] **평가 4: 가스 흡착능 평가**

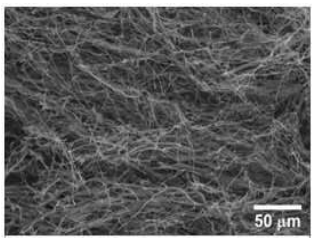
[0091] 실시예 1에 따른 나노 복합체의 표면적 및 다공성을 N_2 흡착-탈착 등온선 측정법을 사용하여 조사하였다.

[0092] 도 9는 N_2 흡착-탈착 등온선을 나타낸 그래프로서, -●- 은 흡착 데이터이고, -○- 은 탈착 데이터이다.

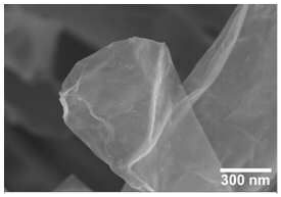
[0093] 도 9를 참조하면, 실시예 1에 따른 나노 복합체는 우수한 질소 흡착을 나타냄을 알 수 있다. 이것은 동결 건조에 따른 분산매의 제거로 인한 추가의 기공 형성에 따른 효과일 것으로 예측된다.

도면

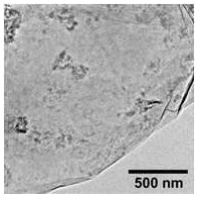
도면1



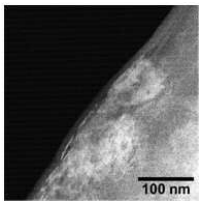
도면2



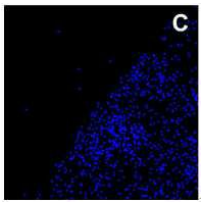
도면3



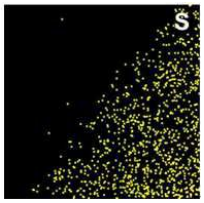
도면4



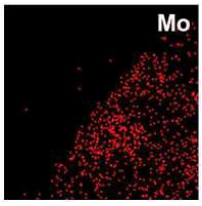
도면5



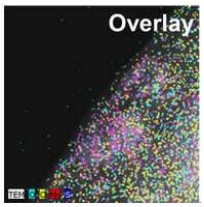
도면6



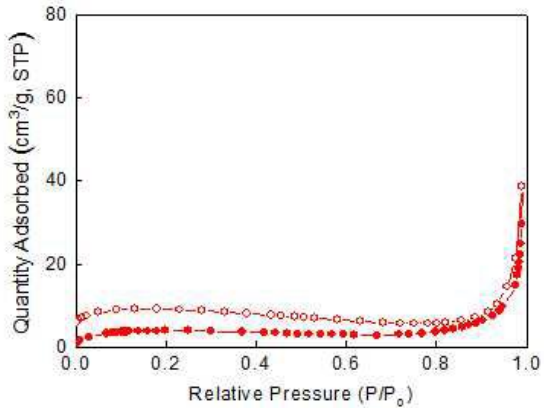
도면7



도면8


Overlay

도면9


Quantity Adsorbed (cm3/g, STP)
80
60
40
20
0
0.0
0.2
0.4
0.6
0.8
1.0
Relative Pressure (P/Po)