

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 (43) 공개일자	10-2009-0037066 2009년04월15일
(51)	Int. Cl.	(71)	출원인
	<i>B82B 3/00</i> (2006.01)		현대자동차주식회사
(21)	출원번호		서울 서초구 양재동 231
(22)	출원일자		세종대학교산학협력단
	심사청구일자		서울 광진구 군자동 98 세종대학교
		(72)	발명자
			김선재
			서울 노원구 중계동 361-1 롯데우성아파트
			106-503
			이경섭
			서울 용산구 이촌동 장미아파트 10C
			(뒷면에 계속)
		(74)	대리인
			백남훈, 이학수

전체 청구항 수 : 총 4 항

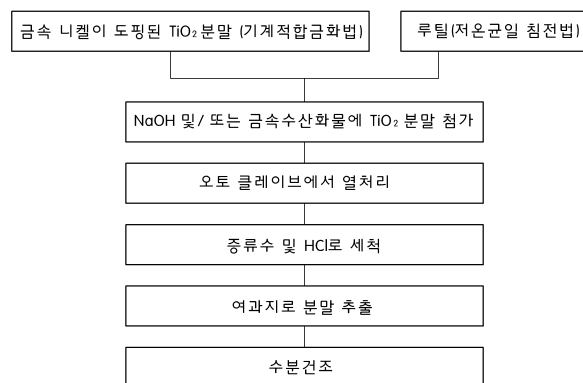
(54) 이산화티타늄 나노튜브분말 및 이를 이용한 고압수소저장탱크 삽입용 판형 필름의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 새로운 수소 저장 물질로 최근 활발히 연구되고 있는 이산화티타늄 나노튜브분말 및 이를 이용한 고압 수소저장 탱크 삽입용 판형 필름의 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 적은 양의 나노튜브로 많은 양의 수소를 저장할 수 있는 이산화티타늄 나노튜브분말을 개발하고, 이 나노튜브분말을 바인더와 혼합하여 압축시킨 판형 필름을 제조하는 고압수소저장 탱크 삽입용 판형 필름의 제조방법에 관한 것이다.

이를 위해, 본 발명은 금속 니켈이 도핑된 TiO_2 분말을 출발 물질로 사용하여 니켈이 도핑된(Ni-doped) 나노튜브형 TiO_2 분말을 제조하는 단계; 및 상기 나노튜브형 TiO_2 분말을 60 ~ 200℃ 온도에서 2 ~ 24시간 건조시켜 분말을 생성하는 단계;를 포함하여 구성된 것을 특징으로 하는 이산화티타늄 나노튜브분말의 제조방법을 제공한다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

김동현

서울 강남구 대치동 891-6 테헤란로 대우아이빌
1606호

이남희

서울 노원구 공릉3동 715번지 라이트아파트
302-1411

오효진

서울 광진구 자양2동 665-18호

남우현

서울 관악구 봉천동 1634-12 101

특허청구의 범위

청구항 1

이산화티타늄 나노튜브분말의 제조방법에 있어서,

금속 니켈이 도핑된 TiO_2 분말을 출발 물질로 사용하여 니켈이 도핑된(Ni-doped) 나노튜브형 TiO_2 분말을 제조하는 단계; 및 상기 나노튜브형 TiO_2 분말을 60 ~ 200℃ 온도에서 2 ~ 24시간 건조시켜 분말을 생성하는 단계;

를 포함하여 구성된 것을 특징으로 하는 이산화티타늄 나노튜브분말의 제조방법.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 금속 니켈이 도핑된 TiO_2 분말의 제조시 티타늄수산화물에 금속니켈 1 ~ 8 wt%를 첨가하여 혼합하는 것을 특징으로 하는 이산화티타늄 나노튜브분말의 제조방법.

청구항 3

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

상기 나노튜브형 TiO_2 분말을 제조하는 단계는 상기 금속 니켈이 도핑된 TiO_2 분말을 NaOH 및/또는 금속수산화물에 첨가하는 단계;

상기 NaOH 혼합물을 오토클레이브에서 120 ~ 180 ℃의 온도로 24 ~ 72시간 동안 열처리하는 단계;

상기 단계에서 열처리된 결과물을 HCl과 증류수로 세척하는 단계; 및

여과지를 통해 나노튜브형 TiO_2 를 수거하는 단계;

를 포함하는 것을 특징으로 하는 이산화티타늄 나노튜브분말의 제조방법.

청구항 4

청구항 1의 나노튜브형 TiO_2 분말을 이용한 고압수소저장 탱크 삽입용 판형 필름의 제조방법에 있어서,

나노튜브형 TiO_2 분말을 바인더(Teflon)와 혼합하는 단계와, 상기 바인더와 혼합된 나노튜브형 TiO_2 분말을 압착기를 이용하여 판형 필름으로 제조하는 단계를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 나노튜브형 TiO_2 분말을 이용한 고압수소저장 탱크 삽입용 판형 필름의 제조방법.

명 세 서

발명의 상세한 설명

기술 분야

- <1> 본 발명은 새로운 수소 저장 물질로 최근 활발히 연구되고 있는 이산화티타늄 나노튜브분말 및 이를 이용한 고압수소저장 탱크 삽입용 판형 필름의 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 적은 양의 나노튜브로 많은 양의 수소를 저장할 수 있는 이산화티타늄 나노튜브분말을 개발하고, 이 나노튜브분말을 바인더와 혼합하여 압축시킨 판형 필름을 제조하는 고압수소저장 탱크 삽입용 판형 필름의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

- <2> 최근 들어 에너지를 둘러싼 국제 정세는 예상을 초월하는 속도로 급변하고 있다. 특히 에너지 문제와 환경문제가 연계되어 강화됨에 따라 화석연료를 중심으로 한 에너지 소비구조가 지구 온난화를 비롯한 환경오염의 주범이라는 인식으로부터 온실가스 감축 등 국제환경규제가 강화되고 있다.
- <3> 이러한 환경규제의 강화와 고유가의 장기화 가능성을 배경으로 한 대체 에너지원 개발의 급속한 확대와 더불어

에너지 산업은 기존의 굴뚝산업의 이미지에서 탈피해 최첨단 기술 경쟁의 장으로 거듭나고 있다.

- <4> 따라서 에너지 효율의 향상, 고청정에너지의 저장 및 변환시킬 수 있는 소재개발을 위하여, 수소에너지를 이용한 하이브리드(Hybrid) 소재 개발은 국가의 사활을 건 필수 연구과제이며, 에너지 자원기술개발을 위한 필수불가결한 선택이라 할 수 있다.
- <5> 세계적으로 차세대 에너지원인 수소를 저장하기 위한 많은 연구들이 진행되어 왔으나, 아직까지 정확한 수소 저장의 반응기구 규명은 이루어지지 않고 있다.
- <6> 또한, 재료의 경량화, 실용적인 반응온도와 반응압력 실현의 어려움 및 안정성에 대한 문제점을 해결하지 못하고 있다.
- <7> 한편, 티타네이트 나노튜브(Titanate nanotube)가 1998년 처음으로 제조되었으나, 그 당시에는 구조적 특성이나 상(phase)에 대한 정확한 연구결과가 뒷받침 되지 않아, TiO₂ 나노튜브라 명명되어 발표되었다.
- <8> 최초의 나노튜브 형태의 TiO₂는 다공체 알루미늄(porous Al₂O₃)를 이용하여 템플릿(template)을 만든 후, 그 세공(pore)에 TiO₂를 함성함으로써 나노튜브를 제조하였다.
- <9> 이러한 방법을 템플릿 방법이라 칭하며, 알루미늄 혹은 알루미늄에 의해 만들어진 유기재료들이 템플릿으로 사용되며 다른 방법들에 비해 비교적 균일하고 방향성을 가지고 있는 나노튜브의 제조가 가능하였다.
- <10> 그러나, 상대적으로 나노튜브의 직경이 크고, 템플릿 제거 과정에 많은 비용이 들고 불순물이 잔존한다는 단점을 가지고 있다.
- <11> 이러한 단점을 보완하기 위해 다공체 알루미늄 막의 나노채널에 TiF₄를 입혀서 직접적인 아나타제(anatase)상의 TiO₂를 함성하는 방법이 제시되었다. 즉, 산성상태에서 TiF₄가 수산화기(OH⁻)에 결합하려는 성질을 이용하여 알루미늄 벽의 내부에 과포화된 Ti가 코팅되는 방법이다.
- <12> 이러한 공정은 열처리가 필요 없기 때문에 모양에 변형이 없다는 장점이 있으나, 공정이 복잡하다는 단점을 가지고 있다.
- <13> 상기 템플릿을 사용하지 않은 최초의 방법으로 순수한 TiO₂ 분말을 이용하지 않고, 약간의 SiO₂를 도핑한 후 나노튜브 형태의 TiO₂를 제조하고 SiO₂를 제거하는 방식을 사용하여 티타네이트 나노튜브를 제조하는 방법을 들 수 있다.
- <14> 상기 방법은 8:2의 비율로 TiO₂와 SiO₂ 조성을 가진 혼합용액을 에탄올과 HCl 수용액을 섞어 인큐베이터를 사용하여 겔(gel)을 형성하고 열처리 후 아나타제 분말을 만들고 이 분말을 알칼리 용액에 담지 후 세척을 통해 티타네이트 나노튜브를 제조하는 방법이다.
- <15> 그런데, 상기와 같은 방법에 의해 100nm 길이에 8nm 정도의 직경(diameter)을 가진 나노튜브를 제조할 수 있으나, SiO₂를 제거해야 한다는 번거로움과 도핑된 SiO₂로 인해 광촉매 활성이 감소된다는 단점을 가지고 있다.
- <16> 특히, 1997년 미국 IBM의 Bethune등에 의해 CNT를 이용한 수소저장이 처음 시도된 이후, 현재 미국 DOE에 의해 전략적인 연구가 이루어져 왔으나, 최근 그 한계성에 직면하여 연구의 지속성 여부에 대한 논의가 계속되고 있다.
- <17> 상기 CNT의 경우, 전기방전법(arc-discharge), 레이저 증착법(laser vaporization), 플라즈마 화학기상증착법(Plasma Enhanced CVD), 열화학 기상증착법(Thermal Chemical Vapor Deposition) 등 다양한 제조방법을 통해 제조되고 있으나, 제조 방법에 따른 재현성 문제, 상온 및 고온에서 탄소표면과 수소분자간의 물리적 흡착이 불안정하여 CNT에 저장된 수소가 상압에서 자발적으로 빠져나오는 트탈착(desorption) 현상, 그리고 수소를 물리적으로 흡착하기 때문에 극저온의 온도 조건이 필요하다는 단점을 가지고 있다.
- <18> 그러나 티타네이트 나노튜브의 경우 진공중이나 수소분위에서 열처리(annealing) 시키면, 나노타입의 루틸(n-type rutile) 또는 차아화학양론적 상(hypostoichiometric phase)인 Ti_nO_{2n-1} 상이 형성된다.
- <19> 이러한 상들은 화학적으로 아주 중요한 촉매(catalysts)로 사용되고 있으며, 특히, c-axis를 통한 수소의 확산 속도는 기존 Ti 동위원소의 수소 확산계수 $D=2 \times 10^{-8} \text{ cm}^2 \text{ S}^{-1}$ (400℃에서) 보다 빠르다고 보고되고 있다.

- <20> 또한 티타네이트 나노튜브의 경우, CNT의 가장 큰 취약점인 물리적 흡착을 개선하여 물리/화학적으로도 수소저장이 가능하기 때문에 수소저장을 위한 획기적인 대체 재료로 개발할 수 있으며, 생산 단가가 적고 대량생산이 가능하여 산업적 적용이 매우 우수하다는 장점을 가지고 있다.
- <21> 일반적으로 보다 많은 수소를 저장하기 위해서는 수소저장을 위한 보다 많은 사이트(site), 한꺼번에 많은 양의 수소와 반응할 수 있는 표면적의 증가, 그리고 수소와의 용이한 반응성이 고려되어야 한다.
- <22> 이를 고려할 때, 티타네이트 나노튜브는 수소 분자를 저장할 수 있는 기다란 나노채널과 높은 비표면적으로 인해 좋은 수소 저장체로서 그 가능성을 기대할 수 있다.
- <23> 한편, 고압수소저장탱크에 적용하기 위한 연구로는, 일본의 TOYOTA 에서 Ti-Cr-Mn을 고압수소저장 탱크내에 삽입하여, 35MPa에서 약 2.2wt%의 수소를 저장 가능한 금속수소화물-고압수소저장탱크에 관한 연구를 수행중이다.
- <24> 그러나 Ti-Cr-Mn의 경우에 대표적인 AB₂ 타입의 금속수소화물로서, 분말제조시의 재연성 문제, 안정한 품질의 합금을 대량으로 안정하게 공급하는 문제, 합금 용해시의 편석 및 불순물의 혼입 문제, 초기 활성화 온도가 높고 Cr의 함량에 따라 저장량이 민감하게 변화한다는 문제점을 갖고 있다.
- <25> 또한 분말 상태로 탱크내에 압축되어 삽입될 경우, 압착된 분말의 표면에서는 수소저장반응이 나타나기 어려운 단점을 가지고 있어, 실제 수소저장량이 작고, 작동을 위한 매우 높은 압력이 필요하여 안정성에 문제가 있다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

- <26> 본 발명은 상기와 같은 점을 감안하여 안출한 것으로서, 금속 니켈을 기계적합금화법을 통해 도핑시킨후, 루틸 상을 갖는 분말을 출발물질로 간단한 수열합성법을 통해 금속 니켈이 도핑됨으로써, 극미세구조의 나노튜브를 형성하여 비표면적으로 증가시키고, 촉매 특성을 갖고 수소저장에 사용할 수 있도록 한 이산화티타늄 나노튜브 분말 및 이를 이용한 고압수소저장 탱크 삽입용 판형 필름의 제조방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

과제 해결수단

- <27> 상기한 목적을 달성하기 위한 본 발명은 이산화티타늄 나노튜브분말의 제조방법에 있어서,
- <28> 금속 니켈이 도핑된 TiO₂ 분말을 출발 물질로 사용하여 니켈이 도핑된(Ni-doped) 나노튜브형 TiO₂ 분말을 제조하는 단계; 및 상기 나노튜브형 TiO₂ 분말을 60 ~ 200℃ 온도에서 2 ~ 24시간 건조시켜 분말을 생성하는 단계;를 포함하여 구성된 것을 특징으로 한다.
- <29> 바람직한 구현예로서, 상기 금속 니켈이 도핑된 TiO₂ 분말의 제조시 티타늄수산화물에 금속니켈 1 ~ 8 wt%을 첨가하여 혼합하는 것을 특징으로 한다.
- <30> 더욱 바람직한 구현예로서, 상기 나노튜브형 TiO₂ 분말을 제조하는 단계는 상기 금속 니켈이 도핑된 TiO₂ 분말을 NaOH에 첨가하는 단계; 상기 NaOH 혼합물을 오토클레이브에서 120 ~ 180 ℃의 온도로 24 ~ 72시간 동안 열처리하는 단계; 상기 단계에서 열처리된 결과물을 HCl과 증류수로 세척하는 단계; 및 여과지를 통해 나노튜브형 TiO₂ 를 수거하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- <31> 본 발명의 다른 측면은 나노튜브형 TiO₂ 분말을 이용한 고압수소저장 탱크 삽입용 판형 필름의 제조방법에 있어서,
- <32> 나노튜브형 TiO₂ 분말을 바인더(Teflon)와 혼합하는 단계와, 상기 바인더와 혼합된 나노튜브형 TiO₂ 분말을 압착기를 이용하여 판형 필름으로 제조하는 단계를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 한다.

효과

- <33> 이상에서 본 바와 같이, 본 발명에 따른 이산화티타늄 나노튜브분말 및 이를 이용한 고압수소저장 탱크 삽입용 판형 필름의 제조방법에 의하면, 다음과 같은 효과를 갖는다.
- <34> 지구환경 오염문제와 에너지 자원의 고갈 및 지역적인 편중문제를 동시에 해결할 수 있는 유일한 대안이 수소에

너지이며, 수소에너지 기술확보가 21세기의 국가 경쟁력을 결정하는 중요한 요소가 될 것으로 인식해야 할 것이다.

- <35> 수소에너지 사회로 진입하기 위해 필수적인 것은 수소저장 기술이라고 할 수 있다. 왜냐하면 이는 수소의 제조 및 이용기술을 연결하는 기술로 효율적인 에너지체계를 구축하는 중요한 기술의 하나이기 때문이다.
- <36> TiO_2 나노튜브를 수소저장재료로 이용할 경우, 기존의 액체 수소저장 방식이나 수소저장합금을 이용하는 경우보다 수소를 삽입/탈리 하는 공정이 간편해지며, 적은 양의 나노튜브로 많은 양의 수소를 저장할 수 있어서 기존의 수소저장방식보다 비용을 크게 절감할 수 있다.
- <37> 또한 이 기술은 연료전지 자동차용 수소의 저장에 유용하게 이용될 뿐만 아니라 연료감응형 태양전지(Dye Sensitized Solar Cell)에 사용함으로써 태양광 자동차 및 태양전지에 적용하여 전극의 수명을 크게 증가시킬 수 있을 것으로 예상된다.
- <38> 또한 TiO_2 나노튜브를 이용하여 물분해를 통해 수소를 발생시키는 광전기화학적 수소 생산으로 고정정 에너지 생산에 기여할 수 있을 것이다.
- <39> 고유가의 지속 가능성과 온실가스 감축의 본격화를 배경으로 청정기술이 급성장하고 있다. 미국, EU, 일본 등 선진국 정부 및 선진 기업들은 수소, 연료전지, 바이오매스, 태양광, 2차전지 등의 에너지 소재 개발에 박차를 가하고 있다.
- <40> 따라서 TiO_2 나노튜브의 개발은 수소저장 대체재료의 개발을 통해 향후의 에너지 기술, 특히 차세대 에너지 소재 개발, 에너지 안전보장, 환경문제의 해결, 경제효율의 확보를 동시에 달성하는데 매우 긴요한 역할을 할 것으로 전망된다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- <41> 이하, 본 발명의 바람직한 실시예를 첨부도면을 참조로 상세하게 설명한다.
- <42> 첨부한 도 1 내지 도 6은 본 발명의 일실시예에 따른 이산화티타늄 나노튜브분말의 제조방법 및 이를 이용한 고압수소저장 탱크 삽입용 판형 필름의 제조방법을 설명하기 위한 도면이다.
- <43> 본 발명의 일실시예는 내경크기가 7nm 이하이고, 외경크기가 12nm 이하이고, 벽간거리(interlayer distance)가 0.75nm 이상이며, Ni이 4wt% 이상 도핑된 나노튜브 분말을 제공한다.
- <44> 본 발명의 바람직한 실시예에서 상기 나노튜브분말은 화학식 $\text{A}_2\text{Ti}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{A}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$, $\text{H}_2\text{TiO} \cdot \text{H}_2\text{O}$ 로 나타나며, 이 때 A는 H 혹은 Na으로 나타날 수 있으며, 전체적으로는 니켈 도핑 티타네이트 나노튜브(Ni doped titanate nanotube)라 명한다. 이때 Ni의 형태는 금속이며, 1 ~ 8wt%일 수 있다.
- <45> 상기 니켈의 도핑함량이 1wt% 미만인 경우에는 도핑에 의한 수소저장 촉매 효과를 미량첨가로 인하여 얻기가 불가능하고, 8wt%를 초과하는 경우에는 금속 니켈이 석출되기 때문에 1 ~ 8wt%를 도핑하는 것이 바람직하다.
- <46> 본 발명에 따른 일실시예는 특허출원 제2006-0094390호, 제2006-0130457호를 기반으로 하며, 세라믹 바울과 볼을 사용하여, 금속니켈(Ni) 1 ~ 8 wt.%를 기계적합금화법을 이용하여 도핑시킨 후(특허등록 제10-0576375호), 간단한 수열합성법 통하여 Ni이 도핑된 티타네이트 나노튜브 분말을 제조하고, 분말 제조 후 60 ~ 200℃에서 2 ~ 24 시간동안 건조시켜 수분을 완전히 제거(하소;firing)하여 최종 분말을 제조하는 방법에 관한 것이다.
- <47> 상기 분말을 건조시키기 위한 온도가 60℃ 미만인 경우에는 수분함량이 높아 하이드레이트(hydrate)에 의해 수소저장 장소(site)가 감소하여 수소가 저장되기 용이하지 않으며, 200℃를 초과하는 경우에는 튜브 형태의 변화가 야기될 수 있기 때문에, 60 ~ 200℃인 것이 바람직하고, 건조시간이 2시간 미만인 경우에는 건조가 불충분하여 마찬가지로 수분함량이 매우 높고, 24시간을 초과하는 경우에는 분말 수거가 용이하지 않기 때문에 2 ~ 24 시간인 것이 바람직하다.
- <48> 분말 제조시에는 10M의 NaOH 수용액상에 분말을 첨가하고, 오토클레이브(autoclave)에서 120 ~ 180℃에서 24시간 열처리 후 0.1M의 HCl과 증류수로 세척 후, 건조 및 수거하는 단계로 이루어진다. 바람직하게는, NaOH의 몰랄 농도는 3 ~ 15M, 오토클레이브 유지온도는 120 ~ 240℃ 범위인 것이 보다 바람직하다.
- <49> 나아가 바람직하게는 NaOH 수용액 처리 후, 세척단계에서 HCl의 몰랄 농도는 0.1M ~ 5M로 세척한 후 증류수로 1시간 30분 이상 재세척 후, 여과지에 통과시켜 제조된 분말을 추출하고, 60 ~ 200℃ 의 온도에서 2 ~ 24 시간

동안 건조시키는 단계로 이루어질 수 있다.

<50> 나아가, 하소 후의 분말들을 바인더(Teflon)와 혼합하여 압착기를 이용하여, 판(sheet)형 필름(10)으로 제작하고, 이를 금속판(11)으로 연결시켜 수소저장 탱크내로 삽입시키는 것이다.

<51> 보다 바람직하게는 분말당 비율로 0.25ml ~ 0.5ml의 바인더를 첨가하고, 1000 ~ 25000 kg/mm²의 압력을 가하여 판상으로 제작한다.

<52> 이하, 본 발명을 다음 실시예에 의거하여 더욱 상세히 설명하겠는바, 본 발명이 다음 실시예에 의하여 한정되는 것은 아니다.

<53> 실시예

<54> 저온균일침전법에 따라 사염화티탄산(TiCl₄:알드리치사(Aldrich)의 상품명 3N)을 열음물로 혼합하여 1.5M의 티타닐클로라이드 수용액을 마련하였다. 이어 상기 티타닐클로라이드 수용액에 증류수를 혼합하여 0.67M로 희석화하였다.

<55> 이를 약 100℃의 온도로 2시간동안 유지하면서 티타늄수산화물의 침전물을 형성하였다. 상기 침전물을 수거하기 위하여 여과지를 이용하여 필터링한 후에, 오븐에서 60℃에서 6시간 동안 건조시켰다. 이 과정을 통해, 준안정상태의 티타늄수산화물을 얻을 수 있었다.

<56> 글로브 박스 안에서 상기 티타늄수산화물에 금속니켈을 8 wt.% 첨가하여 혼합한 후에, 플라나터리 볼 밀(프리취 P-5사 제품)에서 14시간 동안 150rpm으로 볼밀링하였다. 이때 사용된 볼과 바울은 지르코늄옥사이드 재질로 볼은 1mm를 사용하였으며, 바울은 40cc용 두개를 사용하였으며, 볼대 혼합분말의 중량비는 15:1로 하였다. 이러한 볼밀링 조건은 단순 혼합이 아닌 도핑효과를 유도하기 위함이다.

<57> 이러한 볼밀링 공정 후, 얻어진 분말을 출발 물질로 10M의 NaOH에 분말을 첨가한 후, 오토클레이브에서 120℃, 12시간을 유지한 후, 0.1M의 HCl과 증류수를 사용하여 세척한 후, 여과지를 통해 분말을 수거한다. 수거된 분말을 150℃에서 12시간 동안 열처리 하여 분말내의 수분을 제거하였다.

<58> 이러한 공정 후 얻어진 분말을 투과전자현미경(TEM)으로 촬영하고 입자 크기 및 입자 분포를 주사전자현미경(SEM)을 통해 촬영하였다(도 3a 및 도 3b). 또한 수소저장능력을 평가하기 위하여 P-C-T를 이용하여 10, 20, 30 기압에서 수소저장능력을 평가하였다.

<59> 도 4는 압력에 따른 수소저장능력을 나타내는 그래프이고, 도 5는 본 발명의 일실시예에 따라 제조된 전이금속이 도핑된 나노튜브를 150℃에서 12시간 동안 건조 후 수소저장한 결과를 나타내는 그래프이다.

<60> 도 4에 도시한 바와 같이 티타네이트 나노튜브(TNT), TOYOTA(Ti-Cr-Mn)에 비해 니켈 도핑 TNT가 같은 압력에서 수소저장능력이 더 크고, 하소된 니켈 도핑 TNT가 월등히 수소저장능력이 우수함을 알 수 있었다.

<61> 종래의 기술에서는 고압 수소저장탱크에 수소저장량을 증가시키기 위해 수소저장합금(Metal hydride)을 삽입하는 기술인 반면, 본 발명은 앞서 언급된 방법으로 제조된 나노튜브형 분말을 바인더(Teflon)와 혼합하여 압축시킨 판 형태로 제조하여 보다 많은 수소반응면적을 생성시켜 수소저장량을 극대화 시킨다.

<62> 이상에서는 본 발명을 특정의 바람직한 실시예에 대하여 도시하고 설명하였으나, 본 발명은 이러한 실시예에 한정되지 않으며, 당해 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 특허청구범위에서 청구하는 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위내에서 실시할 수 있는 다양한 형태의 실시예들을 모두 포함한다.

도면의 간단한 설명

<63> 도 1은 본 발명의 일실시예에 따른 이산화티타늄 나노튜브분말의 제조방법을 설명하기 위한 흐름도이고,

<64> 도 2는 본 발명의 일실시예에 따른 고압수소저장 탱크 삽입용 판형 필름을 나타내는 구성도이고,

<65> 도 3a 및 도 3b는 본 발명의 일실시예에 따라 제조된 전이금속이 도핑된 나노튜브의 SEM 사진이고,

<66> 도 4는 본 발명의 실험결과를 나타내는 그래프로써, 압력에 따른 수소저장용량을 나타내고,

<67> 도 5는 본 발명의 일실시예에 따라 제조된 전이금속이 도핑된 나노튜브를 150℃에서 12시간 동안 건조 후의 수소저장 실험결과를 나타내며,

<68> 도 6은 본 발명에 따른 이산화티타늄 나노튜브로 만들어진 판형 필름이 고압수소저장 탱크에 삽입되는 구조를

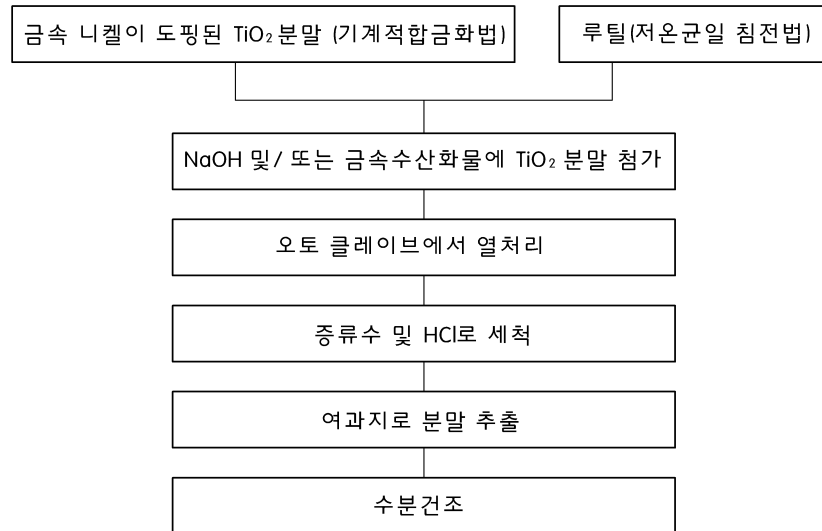
설명하기 위한 도면이다.

<69> <도면의 주요부분에 대한 부호의 설명>

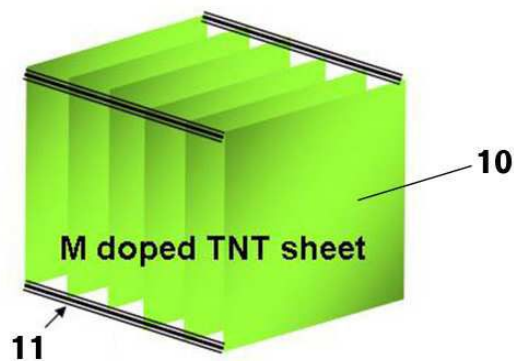
<70> 10 : 판형 필름 11 : 금속핀

도면

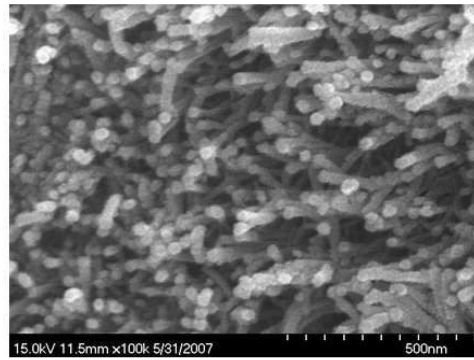
도면1



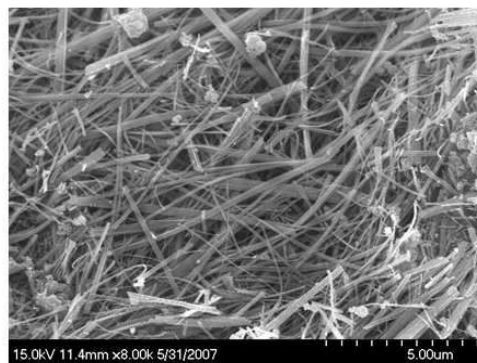
도면2



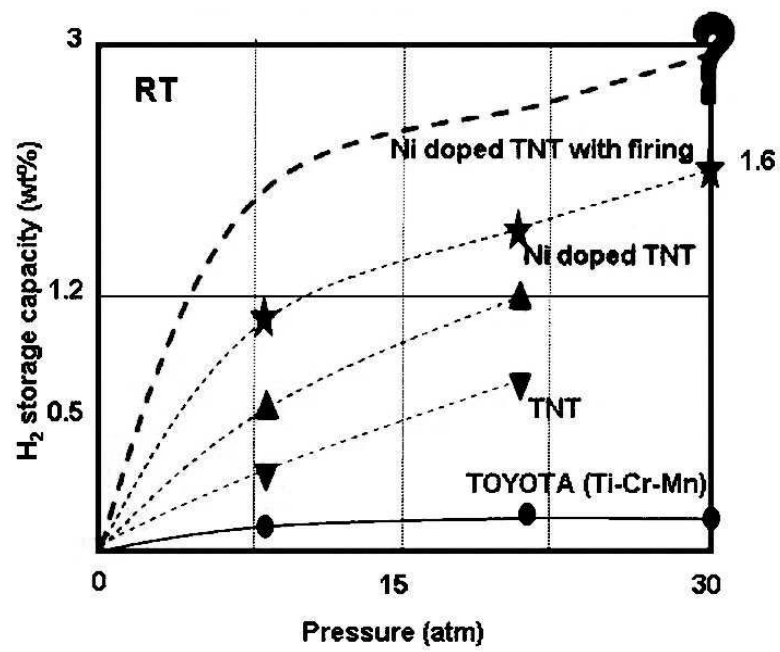
도면3a



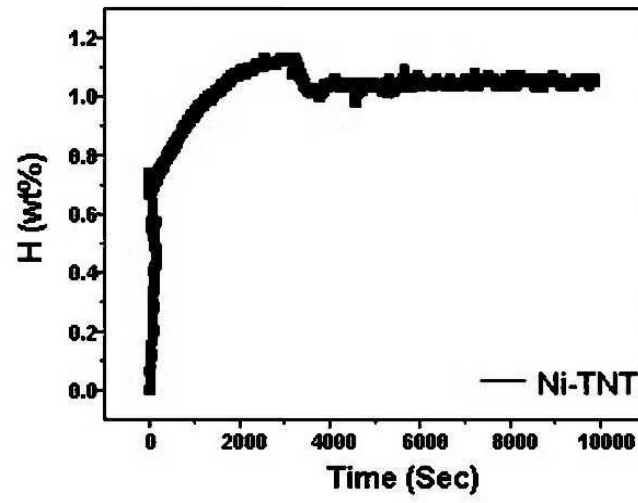
도면3b



도면4



도면5



도면6

