

(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)

(51) 。 Int. Cl. ⁷
C01B 31/02

(11) 공개번호 특2002 - 0007237
(43) 공개일자 2002년01월26일

(21) 출원번호 10 - 2001 - 0063892
(22) 출원일자 2001년10월17일

(71) 출원인 (주) 나노텍
충청남도 천안시 안서동 115번지 천안대학교 창업보육센터 318호
(72) 발명자 이택수
충청남도 천안시 안서동 115번지 천안대 창업센터 318호

심사청구 : 있음

(54) 비표면적을 증가시킨 이중벽 탄소나노튜브 제조

요약

본 발명은 이중벽 탄소나노튜브(MWNT: Multimwall nanotube)의 비표면적을 증가시키는 방법으로 150m²/g인 탄소 나노튜브를 정제 공정을 통해 비표면적을 1,850m²/g로 증가시키는 방법이다.

이렇게 하므로써, 기존의 활성탄이나 활성탄소 섬유에서 가지지 못한 나노크기의 유해물질, 세균, 바이러스 등을 필터 할 수 있으며, 탄소나노튜브 표면에 극성 부여와 활성화도를 높일 수 있으며 더 나아가 탄소 나노튜브의 비표면적 증가는 수소저장, FED(Field emission display), 2차 전지, 수소저장, 테라비트급 반도체를 제조하는데 필수 해결 사항이다.

대표도
도 3

명세서

도면의 간단한 설명

도1은 본 발명에 따른 단일벽 탄소 나노튜브 사진이고,

도2는 본 발명에 따른 이중벽 탄소 나노튜브 사진이며,

도3은 본 발명에 따른 미처리 이중벽 탄소나노튜브와 활성 이중벽 탄소나노튜브 비교 그림이다.

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 다양한 나노 크기의 유해 물질과 세균, 바이러스 등을 선택적으로 흡착 할 수 있게 하는 미세나노기공 탄소 나노튜브를 만들어 주는 것으로, 질소(N^2), 아르곤(Ar) 분위기에서 KOH, NaOH 등의 알칼리 화합물을 이용 길이 수백 nm, 두께 수십 nm의 탄소 나노튜브 표면 분자층 등을 일정한 크기 (수~수백 nm)로 파괴하거나 절단하여 표면에 나노 미세 기공을 형성시켜준다. 이렇게 표면이 활성화된 탄소 나노튜브는 나노 크기의 유해물질, 세균, 바이러스 등을 필터링 할 수 있으며 수소저장, 2차전지, 반도체등에 적용할 수 있다.

활성탄소 및 활성탄소 섬유는 잘 발달된 비표면적과 기공구조의 특성으로 인하여 기상 및 액상에서 가장 손꼽히는 흡착 소재로 알려져 있으며 오·폐수처리, 소각로 및 화학 공정 시설에서의 유해 배기 가스의 흡착 및 제거, 음·식료 산업에서의 탈색 및 탈취,반도체, 전기/전자 제조 과정에서 미량의 유해 가스 제거등에 이용되었으나, 나노 크기의 유해물질과 세균, 바이러스 등에서는 기공의 특성상 필터를 할 수 없었다.

특히 기상 필터에서는 레지오레라 균등을 포함한 세균등에는 무방비 하거나 필터능력이 감소한다. 또한 액상 정수 필터에서는 활성탄소로 이루어진 선카본, 후카본 필터등으로 휘발물질, 부유물 등을 제거할 수 있으나 미세 유해물질, 세균, 바이러스 등을 제거하지 못하는 관계로 멤브레인 사용하여 정제하고 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명은 탄소나노튜브에 표면 관능기를 도입하거나 비표면적을 증가시키기 위한 표면 처리 기술로 KOH, NaOH등의 알칼리 화합물을 이용하여 아르곤(Ar) 또는 질소(N^2)분위기 하에서 표면처리되어 미세 나노기공을 형성시킨 탄소나노튜브를 유·무기 오염원에 대한 선택적 흡착성능을 발휘할 수 있는 고기능성 활성 탄소나노튜브를 만들기 위한 활성화된 탄소나노튜브를 제조하고 제공하는데 그 목적을 두고 있다.

본 발명은 미세 배기 가스 제거 및 자동차 오염원, 유해가스등의 제거를 할 수 있는 기상용과 오폐수 처리 및 일반 가정 정수에 사용할 수 있는 나노크기의 활성화된 탄소나노튜브를 요구에 맞게 제공하고자 하는 것이며, 나아가 수소저장, 2차전지, 축전지, 반도체등에 적용하려고 한다.

발명의 구성 및 작용

본 발명에 의하여 제조된 비표면적을 증가시킨 활성 이중벽 탄소나노튜브에 사용되는 탄소나노튜브는 아크 방전 및 열분해 방법에 의해 제조될 수 있다. 아크방전방법은 챔버(chamber)내부를 진공을 건 후 300~400torr압력으로 아르곤(Ar) 개스를 챔버내에 흘려준 후 챔버내에서 양극 탄소봉과 음극 탄소봉 사이를 1mm 간격을 두고 10~20V의 직류전압을 인가 시키면 두 전극 사이에서 아크(arc)가 발생하는데 이러한, 아크 방전을 통하여 얻은 복합 이중벽 탄소 나노튜브(MWNT: Mutiwall nanotube)나 단일벽 탄소 나노튜브(SWNT:Singlewall nanotube)는활성 탄소 나노튜브의 원재료가 될 수 있다. 도1은 단일벽 탄소나노튜브의 분자 구조와 FE-SEM 및 TEM 사진이고 도2는 본 발명에 사용된 이중벽 탄소나노튜브의 분자구조와 FE-SEM 및 TEM 사진이다.

아크 방전의 전류의 양, 시간, 전압, 촉매, 미활성 분위기등에 의해서 탄소나노튜브의 종류와 크기와 수율이 정해진다.

열분해 방법은 아크 방전 방법에 비해 탄소 나노튜브의 수율과 대량 생산에서 한계가 있는 관계 사용한 제품은 아크 방전에 의해서 제조된 제품을 사용하였다.

본 발명에서 활성 이중벽 탄소 나노튜브라함은 나노미터(nm)크기의 활성화된 이중벽 탄소나노튜브와 나노 입자를 포함한다. 활성 이중벽 탄소나노튜브는 활성화된 나노섬유제조에 사용될 수 있다.

탄소나노튜브의 비표면적 증가를 위한 표면 처리 방법으로 KOH, NaOH등의 의한 알칼리 화합물 방법이 바람직하다. 먼저 1차로 아르곤(Ar) gas (10cc/분)의 분위기하에서 KOH로 탄소나노튜브를 400°C에서 30분정도 열처리 한다. 이렇게하므로써 탄소나노튜브에 존재하는 유기휘발성 물질 등을 완전히 제거 하기 위해 행하여 진다. 2차로 탄소나노튜브를 표면처리 온도는 600~900°C가 바람직한데, 그 이유는 처리시간이 600°C이하일때 탄소나노튜브 표면에 나노 기공이 형성되지 않거나 수가 적고 900°C이상 일때 나노기공의 크기가 거대화 되면서 마이크로 크기까지 커진다. 도3은 KOH나 NaOH에 의해 이중벽 탄소나노튜브 표면에 기공이 형성된 것을 추정한 것이다.

이러한 표면기공 및 파단면의 기공구조가 잘 발달되지 않거나 너무 발달되면 흡착 표면적을 감소시키거나 미세흡착 성능을 발휘할 수 없다.

또한, 처리 시간도 20~60분이 바람직하다. 탄소 나노튜브를 챔버(chamber)표면처리하는 시간이 20분 미만이면 충분 표면 기공이 이루어지지 않을 것이고 60분이 넘으면 탄소 나노튜브의 미세기공 크기가 마이크로 크기(μm)로 커진다.

10cc/분의 아르곤(Ar) 분위기 하에서 실시하여야 하는데, 그 이유는 산소 분위기에서 표면처리를 진행할 시 표면의 미세 기공의 크기를 조정할 수 없으며 산소와의 반응으로 탄소분자들이 쉽게 파괴된다. 이렇게 제조된 탄소나노튜브는 자류 KOH나 NaOH를 제거하기위해 증류수로 3~4회 정도 세척을 실시하고 리트머스 시험지로 확인한다. 변색이 있을 때는 추가 세척을 행한다.

본 발명에 따른 비표면적을 증가시킨 탄소나노튜브에 있어서 NaOH, KOH등의 알칼리 화합물에 의해 상기조건에 따라 표면이 처리된 탄소 나노튜브의 비표면적 측정을 실시예에 따라 실시 하고 그 결과를 [표1]에 나타내었다.

발명의 효과

본 발명에 의한 활성 이중벽 탄소나노튜브의 비표면적과 미세 가공 부피는 표면 특성을 말해 주는 것으로, 즉 기공의 구조, 형상, 크기 등에 의해서 결정된다.

종래의 활성탄 기상, 액상 흡착은 마이크로 흡착에 의존하였다. 이것은 활성탄 자체 기공 크기가 나노화는 어려운데, 이러한 관계로 활성 이중벽 탄소 나노튜브에 의한 비표면적 증가는 병원성 세균 및 바이러스, 나노 유해 물질 등을 흡착할 수 여건과 전기/전자, 반도체 등에 이용할 수 있는 여건을 조성해주는 것이다.

[실시 예 1]

아크방전(Arc - discharge)에 의해서 제조된 비표면적이 $150\text{m}^2/\text{g}$ 인 이중벽 탄소나노튜브를 가지고 1차로 KOH와 혼용(이중벽 탄소나노튜브 : KOH = 1:2) 후에 열분해기에 넣고 400°C 온도로 30분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

이렇게 유기휘발 물질을 제거한 이중벽 탄소나노튜브를 가지고 2차로 KOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3) 후에 열분해기에 넣고 600°C 온도로 20분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70°C 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예 2]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 KOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 700°C 온도로 20분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70°C 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예 3]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 KOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 800°C 온도로 20분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70°C 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예 4]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 KOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 900°C 온도로 20분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70°C 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예 5]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 KOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 600°C 온도로 40분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70°C 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예 6]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 KOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 700°C 온도로 40분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70°C 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예 7]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 KOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 800°C 온도로 40분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70℃ 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예 8]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 KOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 900℃ 온도로 40분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70℃ 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예 9]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 KOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 600℃ 온도로 60분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70℃ 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예10]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 KOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 700℃ 온도로 60분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70℃ 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예11]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 KOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 800℃ 온도로 60분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70℃ 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예12]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 KOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 900℃ 온도로 60분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70℃ 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예13]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 NaOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 600℃ 온도로 20분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70℃ 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예14]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 NaOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 700℃ 온도로 20분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70℃ 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예15]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 NaOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 800℃ 온도로 20분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70℃ 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예16]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 NaOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 900℃ 온도로 20분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70℃ 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예17]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 NaOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 600℃ 온도로 40분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70℃ 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예18]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 NaOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 700℃ 온도로 40분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70℃ 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예19]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 NaOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 800℃ 온도로 40분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70℃ 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예20]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 NaOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 900℃ 온도로 40분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70℃ 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예21]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 NaOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 600℃ 온도로 60분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70℃ 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예22]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 NaOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 700℃ 온도로 60분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70°C 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예23]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 NaOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 800°C 온도로 60분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70°C 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[실시 예24]

[실시 예 1]에서와 같이 1차로 열처리 한다음, 2차로 이중벽 탄소나노튜브와 NaOH와 혼용(이중벽 탄소 나노튜브:KOH = 1:3)후에 열분해기에 넣고 900°C 온도로 60분정도 아르곤(Ar)분위기하에서 열처리한다.

2차로 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 증류수에 3~4차례 세척한 후 70°C 오븐에서 하루 정도 건조시킨 후 BET 흡착 특성과 미세기공부피를 표 1에 각각 나타내었다. 그 결과 BET 비표면적과 미세기공 부피 등의 표면구조가 크게 변화 하였다. 이것은 아크 방전에 의해 제조된 미처리 이중벽 탄소 나노튜브에 비해 상기 조건에 의해 제조된 활성 이중벽 탄소나노튜브를 월등히 BET 비표면적과 미세기공이 증가됨을 알 수 있었다.

[표 1]

[표 1]

	BET 비표면적(m ² /g)	미세기공 부피(cc/g)
이중벽 미처리 탄소나노튜브	150	0.19
실시 예 1	1150	0.61
실시 예 2	1250	0.75
실시 예 3	1268	0.76
실시 예 4	1236	0.72
실시 예 5	1350	0.77
실시 예 6	1560	0.84
실시 예 7	1648	0.84
실시 예 8	1592	0.84
실시 예 9	1775	0.86
실시 예10	1850	0.86
실시 예11	1945	0.89
실시 예12	1894	0.89
실시 예13	960	0.56
실시 예14	1010	0.59
실시 예15	1165	0.65
실시 예16	1184	0.71
실시 예17	1325	0.77
실시 예18	1415	0.78
실시 예19	1490	0.80
실시 예20	1318	0.76
실시 예21	1453	0.79
실시 예22	1513	0.80
실시 예23	1681	0.86
실시 예24	1515	0.81

(57) 청구의 범위

청구항 1.

아크방전에 의해 제조된 이중벽 탄소나노튜브를 가지고 1차로 NaOH나 KOH와 혼용후에 Ar 또는 N₂ 분위기에서 열분해기로 400°C에서 30분열처리 하는 공정

청구항 2.

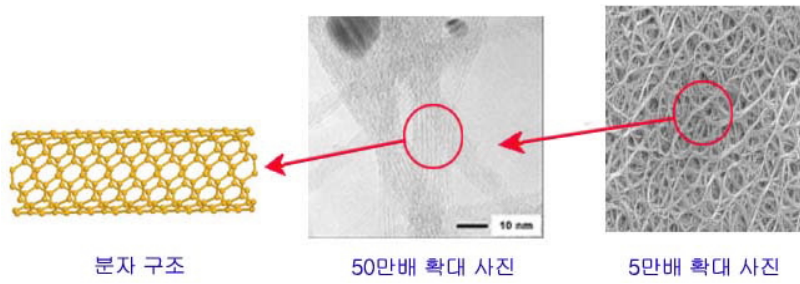
제 1항으로 제조된 이중벽 탄소나노튜브를 가지고 2차로 NaOH나 KOH와 혼용후에 Ar 또는 N₂ 분위기에서 열분해기로 600~900°C에서 20~60분 열처리 하여 제조되는 공정

청구항 3.

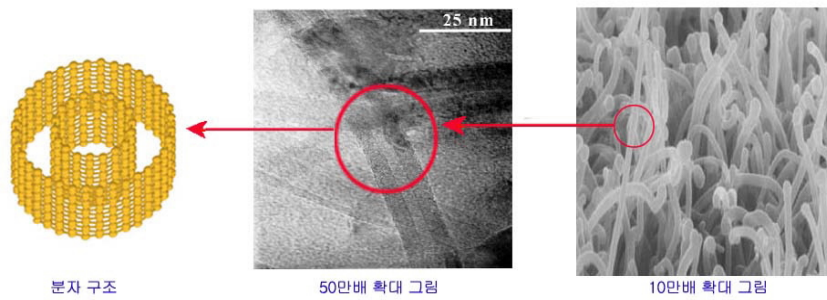
제 1항 내지 제 2항으로 제조된 활성이중벽 탄소나노튜브

도면

도면 1



도면 2



도면 3

