



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0041200
(43) 공개일자 2019년04월22일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01G 11/86 (2013.01) H01G 11/32 (2013.01)
(52) CPC특허분류
H01G 11/86 (2013.01)
H01G 11/32 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2017-0132479
(22) 출원일자 2017년10월12일
심사청구일자 2017년10월12일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
인천광역시 미추홀구 인하로 100(용현동, 인하대학교)
(72) 발명자
박수진
서울특별시 강남구 역삼로 307, 203동 604호 (역삼동, 역삼 I'PARK)
이지원
경기도 성남시 수정구 공원로391번길 1, A동 301호(신흥동, 삼성맨션)
(74) 대리인
이은철, 이수찬

전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 슈퍼커패시터용 피치기반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 복합 전극소재 제조방법

(57) 요약

본 발명은 친환경 저장 에너지에서 사용될 수 있는 전기화학적 성능을 향상시킨 활성탄/폴리피롤 하이브리드 슈퍼커패시터용 전극소재 제조방법에 관한 것으로서, 피롤과 Methyl Orange(MO), Iron(III) chloride hexahydrate($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 혼합하여 폴리피롤을 제조하는 단계, 활성탄과 Sodium dodecyl sulfate(SDS)을 혼합하여 혼합물을 제조하는 단계, 상기 폴리피롤과 혼합물을 합성하는 단계, 및 합성된 혼합물을 세척과 건조하는 단계를 포함한다.

상기와 같은 본 발명에 따르면, 고용량 및 우수한 방전 특성을 갖는 슈퍼커패시터 전극 소재를 제공함으로써 상기 전극을 포함하는 슈퍼커패시터 및 리튬 이차 전지는 우수한 정전 용량, 수명 특성 및 안정성을 구현할 수 있는 효과가 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

Y02E 60/13 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2016H1D5A1909732

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 지역신산업선도인력양성사업

연구과제명 차폐효율 50dB 이상 자동차/항공기용 흡음 및 전자파차폐소재 개발

기 여 율 1/2

주관기관 인하대학교

연구기간 2016.06.01 ~ 2019.05.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 10080293

부처명 산업통상자원부

연구관리전문기관 한국산업기술평가관리원

연구사업명 핵심소재원천기술개발사업

연구과제명 비페놀계 비표면적 2,500m²/g급 에너지 저장용 탄소계 전극 소재 개발

기 여 율 1/2

주관기관 ㈜익성

연구기간 2017.08.07 ~ 2018.07.31

명세서

청구범위

청구항 1

- 1) 폴리피롤을 제조하는 단계;
- 2) 활성탄 및 Sodium dodecyl Sulfate (SDS)을 포함하는 혼합물을 제조하는 단계;
- 3) 상기 혼합물과 상기 폴리피롤을 1:0.5~ 2 질량비로 합성하는 단계; 및
- 4) 상기 합성된 합성물을 건조하는 단계를 포함하는 슈퍼커패시터용 피치기반 복합 전극소재 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 1)단계의 폴리피롤은,

피롤, Methyl Orange(MO), 및 Iron(III) chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)를 혼합하여 제조하는 것을 특징으로 하는 슈퍼커패시터용 폴리피롤 복합 전극소재 제조 방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 피롤은 1 ~ 3 몰(mole), 상기 Methyl Orange (MO)은 1 ~ 2몰(mole), 상기 Iron(III) chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)는 1 ~ 3 몰(mole)의 비율로 제조하는 것을 특징으로 하는 슈퍼커패시터용 폴리피롤 복합 전극소재 제조 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 2)단계의 혼합물은,

상기 활성탄이 1 ~ 3 몰(mole)이고, 상기 Sodium dodecyl sulfate (SDS)가 1 ~ 3 몰(mole)의 비율로 제조하는 것을 특징으로 하는 슈퍼커패시터용 폴리피롤 복합 전극소재 제조 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 3)단계는,

6 시간 ~ 48 시간 합성하는 것을 특징으로 하는 슈퍼커패시터용 폴리피롤 복합 전극소재 제조 방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 3)단계는,

0℃ ~ 20℃에서 합성하는 것을 특징으로 하는 슈퍼커패시터용 폴리피롤 복합 전극소재 제조 방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 3)단계는 합성된 폴리피롤의 형상이 튜브 형상인 것을 특징으로 하는 슈퍼커패시터용 폴리피롤 복합 전극소재 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 슈퍼커패시터용 피치기반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 복합 전극소재 제조방법에 관한 것으로서, 폴리피롤과 탄소소재 혼합물을 각각 제조 후 상기 두 물질을 합성하여 활성탄/튜브형상 복합 전극소재를 제작하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 최근 과학과 산업의 급속한 성장으로 연료수요를 충족시키고 온실 가스 배출량을 줄이기 위해 신재생 에너지 자원 개발이 주력하고 있다. 이러한 온실 가스 배출을 줄이기 위해 친환경 에너지, 하이브리드 전기 자동차의 에너지 저장장치 등 연구가 활발히 진행되고 있다. 최근 에너지 저장에 대한 관심이 증가하면서 우수한 친환경 에너지 저장장치인 슈퍼커패시터의 관심이 커지고 있다.

[0004] 본질적으로, 커패시터는 유지보수가 필요 없으며, 단순한 충전회로, 높은 전력밀도를 가지며 반영구적 수명, 우수한 충·방전을 지녔다. 또한 전극활물질~ 화학적인 반응이 일어나지 않아 안정성이 높으며 사이클 수명도 길며 이러한 특성을 지닌 친환경 에너지 저장장치이다. 이러한 이유로 슈퍼커패시터는 하이브리드 전기 자동차의 에너지 저장장치와 모바일 전자장치의 단기 공급 장치 이용이 늘고 있는 추세이다.

[0005] 슈퍼커패시터는 의사 커패시터(pseudocapacitor)와 전기 이중층 커패시터(electrical double-layer capacitance, EDLC)로 구분된다. 의사 커패시터에서는 가역적 산화 환원 반응에 사용되는 전극 물질로 전도성 금속산화물 또는 전도성 고분자 물질 등을 사용하며, EDLC는 전극 물질로서 높은 표면적을 갖는 활성탄 등을 사용한다. 그러나 EDLC는 저비용 전극물질의 장점을 가지고 있으나, 낮은 에너지 밀도를 가지고 있다. 따라서 고효율의 에너지 저장을 위해 두 가지 유형의 전극을 이용한 하이브리드 슈퍼커패시터 연구가 활발히 이루어지고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허 제10-1447680호, 전극의 제조 방법, 상기 제조 방법에 따라 제조된 전극, 상기전극을 포함하는 슈퍼 커패시터 및 리튬 이차 전지.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명의 목적은, 기존 슈퍼커패시터의 전기화학적 효율 향상을 위해, 기존의 폴리피롤 제조방법과는 차이가 있는 방법으로 폴리피롤을 제조하여, 더 높은 비표면적과 우수한 기공구조, 반복적인 충·방전 과정에서 안정적인 효율을 갖게 함으로써, 전기용량이 향상된 슈퍼커패시터용 피치기반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 복합 전극소재 제조방법을 제공함에 있다.

과제의 해결 수단

- [0010] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명의 실시예에서는 피롤과 Methyl Orange(MO), Iron(III) chloride hexahydrate(FeCl_{32}O) 혼합하여 폴리피롤을 제조하는 단계, 활성탄 및 Sodium dodecyl sulfate(SDS)을 포함하는 혼합물을 제조하는 단계, 상기 폴리피롤과 상기 혼합물을 합성하는 단계, 및 합성된 혼합물을 세척과 건조하는 단계를 제공한다.
- [0011] 상기 폴리피롤 제조 단계는 피롤과 Methyl Orange(MO), 및 Iron(III) chloride hexahydrate (FeCl_{32}O) 혼합용액에서 수행한다.
- [0012] 상기 피롤은 1 ~ 3 몰까지, 상기 Methyl Orange(MO)는 1 ~ 2 몰까지, 및 상기 Iron(III) chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)는 1 ~ 3 몰까지의 비율 이다.
- [0013] 상기 활성탄 및 Sodium dodecyl sulfate (SDS)을 포함하는 혼합물은 활성탄은 1 몰 및 Sodium dodecyl sulfate (SDS)이 1 ~ 3 몰까지 비율로 제조한다.
- [0014] 상기 혼합물과 상기 폴리피롤을 합성하는 단계는 1:0.5 ~ 1:2의 질량비로 합성한다.
- [0015] 상기 폴리피롤과 혼합물을 혼합하여 합성하는 단계의 합성 온도는 0℃ 에서 상온으로 수행된다.
- [0016] 상기 폴리피롤과 탄소소재 혼합물을 혼합하여 합성하는 단계의 합성시간은 6 시간 ~ 48 시간 동안 수행된다.
- [0017] 상기 합성된 혼합물을 세척과 건조하는 단계의 세척은 증류수와 에탄올을 번갈아가며 각각 5 ~ 15 회 수행된다.
- [0018] 상기 합성된 혼합물을 세척과 건조하는 단계의 건조는 6시간 ~ 48시간 수행된다.

발명의 효과

- [0019] 상기와 같은 본 발명에 따르면, 고용량 및 우수한 방전 특성을 갖는 슈퍼커패시터 전극 소재를 제공함으로써, 본 발명의 전극 소재를 이용하여 제조된 전극을 포함하는 슈퍼커패시터 및 리튬 이차 전지는 우수한 정전 용량, 수명 특성 및 안정성을 구현할 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

- [0021] 도 1은 본 발명의 구현예에 따라 제조된 새로운 복합 전극소재 합성과정을 도시한 것이다.
- 도 2은 본 발명의 구현예에 따라 제조된 새로운 복합 전극소재의 SEM (Scanning Electron Microscope) 현미경 사진을 도시한 것이다.
- 도 3은 본 발명의 구현예에 따라 제조된 새로운 복합 전극소재의 TEM (Transmission Electron Microscope) 현미경 사진을 도시한 것이다.
- 도 4는 본 발명의 구현예에 따라 제조된 새로운 복합 전극소재의 Cyclic Voltammetry 곡선을 도시한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0022] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.
- [0023] 본 발명은 슈퍼커패시터 전기화학적 효율 향상을 목적으로 하는 혁신적인 전극소재를 개발하기 위해 우수한 전도성을 가지며 경제적이고 쉬운 합성과 높은 유연성을 지닌 전도성 고분자인 폴리피롤과 전극 물질로서 높은 표면적을 갖는 활성탄을 합성한 활성탄/폴리피롤 복합체 하이브리드 슈퍼커패시터용 복합 전극소재를 제조하여 높은 비표면적과 우수한 기공구조, 반복적인 충·방전 과정에서 안정적인 효율을 갖는 것을 특징으로 하는 전기용량이 향상된 슈퍼커패시터용 피치기반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 전극소재 제조방법을 제공한다.
- [0024] 본 발명에 슈퍼커패시터용 피치기반 폴리피롤 복합 전극소재를 제조하는 방법의 공정도를 도 1에 정리하였다.
- [0025] 도 1을 참조하여, 본 발명은 전기용량이 향상된 슈퍼커패시터용 피치기반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 복합 전극

소재를 제조하는 방법으로 1) 피롤과 Methyl Orange (MO), Iron(III) chloride hexahydrate (FeCl_{32}O) 혼합하여 폴리피롤을 합성하는 단계; 2) 활성탄 및 Sodium dodecyl sulfate(SDS)을 포함하는 혼합물을 제조하는 단계; 3)상기 폴리피롤과 상기 혼합물을 합성하는 단계; 및 4) 상기 합성된 혼합물의 세척과 건조하는 단계를 제공한다.

[0026] 본 발명에 있어서, 상기 1)단계에서 폴리피롤 제조는 피롤과 Methyl Orange(MO)와 Iron(III) Chloride hexahydrate(FeCl_{32}O) 혼합용액에서 수행할 수 있다. 피롤은 1 ~ 3몰, Methyl Orange(MO)은 1 ~ 3 몰까지, Iron(III) Chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)은 1 ~ 2 몰까지의 비율로 혼합하며, 보다 바람직하게는 피롤은 1몰, Methyl Orange(MO)은 1 ~ 3 몰까지, Iron(III) Chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)은 1 ~ 2 몰까지의 비율이다.

[0027] 상기 1)단계에서 폴리피롤 제조는 피롤과 Methyl Orange(MO)와 Iron(III) Chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)을 넣어 폴리피롤을 제조하는 단계로서, 피롤과 Methyl Orange(MO)와 Iron(III) Chloride hexahydrate(FeCl_{32}O)를 함께 투입하여 증류수와 충분히 혼합하여 폴리피롤을 제조한다.

[0028] 상기 1)단계에서 Methyl Orange(MO)는 광전변환과 전기전도성을 보다 높일 수 있으며, 튜브모양 폴리피롤 표면의 성장과 구조의 조립을 촉진 시켜준다.

[0029] 상기 1)단계에서 폴리피롤 제조는 피롤과 Methyl Orange(MO)와 Iron(III) Chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)을 넣어 폴리피롤을 제조하는 단계로서 0℃~ 상온으로 6시간~ 48시간 동안 반응시켜 폴리피롤을 제조할 수 있다.

[0030] 상기 2)단계는 활성탄 및 Sodium dodecyl sulfate(SDS)를 포함하는 혼합물을 제조하는 단계로서, 상기 단계에서 증류수는 혼합용액으로 수행할 수 있다. 상기 활성탄은 1 ~ 3 몰까지, 상기 Sodium dodecyl sulfate(SDS)는 1 ~ 3몰까지 비율로 혼합될 수 있으며, 보다 바람직하게는 활성탄은 1 ~ 2 몰까지, Sodium dodecyl sulfate(SDS)은 1 ~ 3 몰까지 비율 일 수 있다.

[0031] 상기 2)단계에서 Sodium dodecyl sulfate (SDS)는 상기 혼합물과 상기 폴리피롤을 합성하는 단계에서 보다 더 균일하게 분산 및 혼합되기 위해 사용한다.

[0032] 상기 3)단계는 상기 혼합물과 상기 폴리피롤을 합성하는 단계로서, 활성탄과 폴리피롤은 1: 1 ~ 4의 질량비로 합성하며, 0 ℃ ~ 상온으로 6 시간~ 48시간까지 수행 할 수 있다. 보다 바람직하게는 0℃ ~ 상온으로 12 시간~ 24시간 동안 수행할 수 있다.

[0033] 상기 4)단계는 상기 합성된 혼합물을 세척 및 건조하는 단계로서, 활성탄/폴리피롤 혼합물의 세척은 아스피레이터를 이용하여 증류수와 에탄올 번갈아 가면서 아스피레이터를 통해 수행되며 각각 5 ~ 15회 세척하는 것이 바람직하다.

[0034] 상기 4)단계는 상기 합성된 혼합물을 세척 및 건조하는 단계로서, 활성탄/폴리피롤 혼합물의 건조는 세척된 상기 활성탄/폴리피롤 혼합물을 진공오븐에서 80 ℃로 수행한다.

[0035] 상기 4)단계는 상기 합성된 혼합물을 세척 및 건조하는 단계로서, 활성탄/폴리피롤 혼합물의 건조는 세척된 상기 활성탄/폴리피롤 혼합물을 6 시간~ 48 시간 동안 진공건조를 수행하여 전기용량이 향상된 슈퍼커패시터용 피치기반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 복합 전극소재를 제조할 수 있다.

[0037] 이하, 측정예와 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 예시하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되는 것으로 해석되지는 않는 것은 당업계에 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 자명할 것이다.

[0039] 실시예 1.

[0040] Methyl Orange (MO), Iron(III) Chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)와 피롤의 합성 비 1:2:2 몰 비율로 100ml 증류수와 5분 반응 한다. Sodium dodecyl sulfate(SDS)와 활성탄 1:2 몰 비율로 5분 반응시킨다. 상기 각각의 혼합용액을 활성탄과 폴리피롤의 질량비 1:0.5 비율로 혼합하여 얼음 중탕하여 0℃~ 6시간 동안 합성한다. 이후 상기 합성된 용액을 아스피레이터를 이용하여 에탄올과 증류수 번갈아 가면서 세척 후 80 ℃ 진공오븐에서 6시간

건조시켜 전기용량이 향상된 슈퍼커패시터용 피치기반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 복합 전극소재를 제조한다.

실시예 2.

Methyl Orange(MO), Iron(III) Chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)과 피롤의 몰 비율을 유지하며 100 ml 증류수에 10 분 합성한다. Sodium dodecyl sulfate(SDS)와 활성탄 1:2 몰 비율로 10 분 합성한다. 상기 각각의 혼합용액을 활성탄과 폴리피롤의 질량비 1:0.5로 하며 합성온도는 얼음 중탕하여 0 °C ~ 9 시간 반응 합성한다. 이후 상기 합성된 용액을 아스피레이터를 이용하여 에탄올과 증류수 번갈아 가면서 세척 후 80 °C 진공오븐에서 9 시간 건조하여 전기용량이 향상된 슈퍼커패시터용 피치기반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 복합 전극소재를 제조한다.

실시예 3.

Methyl Orange (MO), Iron(III) Chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)과 피롤의 합성비 2:1:2 몰 비율로 100 ml 증류수와 10 분 합성하며, Sodium dodecyl sulfate(SDS)와 활성탄을 2:3 몰 비율로 10 분 합성한다. 상기 각각의 혼합용액을 활성탄과 폴리피롤의 질량비는 1:1로 합성하며 합성온도는 5 °C, 합성시간은 9 시간 합성한다. 이후 상기 합성된 용액을 아스피레이터를 이용하여 에탄올과 증류수 번갈아 가면서 세척 후 80 °C 진공오븐에서 9 시간 건조하여 전기 용량이 향상된 슈퍼커패시터용 피치기반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 복합 전극소재를 제조한다.

실시예 4.

Methyl Orange (MO), Iron(III) Chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)과 피롤의 합성비 2:1:2 몰 비율로 100ml 증류수와 20분 합성하며, Sodium dodecyl sulfate(SDS)와 활성탄을 2:3 몰 비율로 20분 합성한다. 상기 각각의 혼합용액을 활성탄과 폴리피롤의 질량비는 1:1로 합성하며 합성온도는 5°C로 하고, 합성시간은 12시간 합성한다. 이후 상기 합성된 용액을 아스피레이터를 이용하여 에탄올과 증류수 번갈아 가면서 세척 후 80 °C 진공오븐에서 12시간 건조하여 전기 용량이 향상된 슈퍼커패시터용 피치기반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 복합 전극소재를 제조한다.

실시예 5.

Methyl Orange (MO), Iron(III) Chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)과 피롤의 합성비 1:1:1 몰 비율로 100 ml 증류수와 20 분 합성하며, Sodium dodecyl sulfate(SDS)와 활성탄을 1:1 몰 비율로 20 분 합성한다. 상기 각각의 혼합용액을 활성탄과 폴리피롤의 질량비는 1:1로 합성하며 합성온도는 10 °C로 하고, 합성시간은 12 시간 합성한다. 이후 상기 합성된 용액을 아스피레이터를 이용하여 에탄올과 증류수 번갈아 가면서 세척 후 80 °C 진공오븐에서 24 시간 건조하여 전기 용량이 향상된 슈퍼커패시터용 피치기반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 복합 전극소재를 제조한다.

실시예 6.

Methyl Orange (MO), Iron(III) Chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)과 피롤의 합성비 1:1:1 몰 비율로 100 ml 증류수와 30 분 합성하며, Sodium dodecyl sulfate(SDS)와 활성탄을 1:1 몰 비율로 30 분 합성한다. 상기 각각의 혼합용액을 활성탄과 폴리피롤의 질량비는 1:1.5로 합성하며 합성온도는 10 °C로 하고, 합성시간은 24 시간 합성한다. 이후 상기 합성된 용액을 아스피레이터를 이용하여 에탄올과 증류수 번갈아 가면서 세척 후 80 °C 진공오븐에서 24 시간 건조하여 전기 용량이 향상된 슈퍼커패시터용 피치기반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 복합 전극소재를 제조한다.

실시예 7.

[0058] Methyl Orange (MO), Iron(III) Chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)과 피롤의 합성비 3:2:1 몰 비율로 100 ml 증류수와 30 분 합성하며, Sodium dodecyl sulfate(SDS)와 활성탄을 2:1 몰 비율로 30 분 합성한다. 상기 각각의 혼합용액을 활성탄과 폴리피롤의 질량비는 1:1.5로 합성하며 합성온도는 10 ℃로 하고, 합성시간은 36 시간 합성한다. 이후 상기 합성된 용액을 아스피레이터를 이용하여 에탄올과 증류수 번갈아 가면서 세척 후 80 ℃ 진공 오븐에서 36 시간 건조하여 전기 용량이 향상된 슈퍼커패시터용 피치기반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 복합 전극 소재를 제조한다.

[0060] 실시예 8.

[0061] Methyl Orange (MO), Iron(III) Chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)과 피롤의 합성비 3:2:1 몰 비율로 100 ml 증류수와 40 분 합성하며, Sodium dodecyl sulfate(SDS)와 활성탄을 2:1 몰 비율로 60 분 합성한다. 상기 각각의 혼합용액을 활성탄과 폴리피롤의 질량비는 1:2로 합성하며 합성온도는 20 ℃로 하고, 합성시간은 36 시간 합성한다. 이후 상기 합성된 용액을 아스피레이터를 이용하여 에탄올과 증류수 번갈아 가면서 세척 후 80 ℃ 진공 오븐에서 36 시간 건조하여 전기 용량이 향상된 슈퍼커패시터용 피치기반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 복합 전극 소재를 제조한다.

[0063] 실시예 9.

[0064] Methyl Orange (MO), Iron(III) Chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)과 피롤의 합성비 3:2:3 몰 비율로 100 ml 증류수와 40 분 합성하며, Sodium dodecyl sulfate(SDS)와 활성탄을 3:1 몰 비율로 60 분 합성한다. 상기 각각의 혼합용액을 활성탄과 폴리피롤의 질량비는 1:2로 합성하며 합성온도는 20 ℃로 하고, 합성시간은 48 시간 합성한다. 이후 상기 합성된 용액을 아스피레이터를 이용하여 에탄올과 증류수 번갈아 가면서 세척 후 80 ℃ 진공 오븐에서 48 시간 건조하여 전기 용량이 향상된 슈퍼커패시터용 피치기반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 복합 전극 소재를 제조한다.

[0066] 비교예 1.

[0067] 상기 실시예 6과 동일한 과정을 실시하되 Sodium dodecyl sulfate(SDS)와 활성탄을 넣지 않고 합성하여 제조한다.

[0069] 비교예 2.

[0070] 상기 실시예 6과 동일한 과정을 실시하되 Methyl Orange (MO), Iron(III) Chloride hexahydrate (FeCl_{32}O)과 피롤을 넣지 않고 합성하여 제조한다.

[0072] 실시예 1~ 실시예 9, 비교예 1과 비교예 2 에 따른 슈퍼커패시터용 피치기반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 복합 전극소재의 제조조건을 하기 표 1에 정리하였다.

표 1

샘플명	MO/ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /피롤 비율 ① (m:m)	MO/ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /피롤 합성시간 (min)	SDS: 활성탄 비율 ② (m:m)	SDS: 활성탄 합성시간 (min)	활성탄/피 롤 (weigh : weigh)	①+② 혼합용액 합성시간 (h)	합성반응 온도 (℃)	건조시간 (h)
실시예 1	1:2:2	5	1:2	5	1:0.5	6	0	6
실시예 2	1:2:2	10	1:2	10	1:0.5	9	0	9
실시예 3	2:1:2	10	2:3	10	1:1	9	5	9

실시예 4	2:1:2	20	2:3	20	1:1	12	5	12
실시예 5	1:1:1	20	1:1	20	1:1	12	10	24
실시예 6	1:1:1	30	1:1	30	1:1.5	24	10	24
실시예 7	3:2:1	30	2:1	30	1:1.5	36	10	36
실시예 8	3:2:1	40	2:1	60	1:2	36	20	36
실시예 9	3:2:3	40	3:1	60	1:2	48	20	48
비교예 1	1:1:1	30	-	-	-	24	10	24
비교예 2	-	-	1:1	30	-	24	10	24

[0081] **측정예 1. 본 발명에서 제조한 하이브리드 슈퍼커패시터용 활성탄/폴리피롤 복합체의 형태 및 표면구조 관찰**

[0082] Scanning Electron Microscopy (SU8010, Hitach Co., LTD)를 통해, 강기 실시예 9에서 제조한 활성탄/폴리피롤 복합체 형태 및 표면구조를 관찰하였으며, 관찰결과를 도 2에 도시하였다.

[0083] 도 2을 참조하면, 폴리피롤과 활성탄이 합성된 모습을 확인 할 수 있다.

[0085] **측정예 2. 본 발명에서 제조한 하이브리드 슈퍼커패시터용 활성탄/폴리피롤 복합체의 형태 및 표면구조 관찰**

[0086] Transmission Electron Microscope (TEM-2100F, JEOL Co., USA)를 통해 실시예 9에서 제조한 활성탄/폴리피롤 복합체 형태 및 표면구조 관찰하였으며, 관찰결과를 도 3에 도시하였다.

[0087] 도 3을 참조하면, 폴리피롤과 활성탄이 합성된 모습이며, 특히 원안에 있는 폴리피롤의 모양이 튜브 모양임을 확인 할 수 있다.

[0089] **측정예 3. 본 발명에서 제조한 하이브리드 슈퍼커패시터용 활성탄/폴리피롤 복합체의 전극제조 및 충·방전 실험**

[0090] 상기 실시예 9에서 제조한 전기화학적 성능이 향상된 하이브리드 슈퍼커패시터용 활성탄/폴리피롤 복합체를 전극물질로 하여 전극을 제조 및 충·방전 실험을 진행하였다.

[0091] 구체적으로 1cm 니켈 폼 규격화 하여, 약 1cm 정도의 제조된 활성탄/폴리피롤 복합체를 적서 제조한 전극을 작업전극으로 사용하며, Ag/AgCl 기준 전극사용하며 상대전극으로는 Pt전극을 사용하였다. 1M Na₂SO₄ 전해질을 제조하여 상온조건에서 충·방전 실험을 측정하였다. 전압구간으로는 -0.2V~ 0.8V에서 측정하였으며, 전류밀도 1A/g 기준화하여 실험을 진행하였다. 실시예 1~ 실시예 9, 비교예 1과 비교예 2 에 따른 슈퍼커패시터용 피치기 반 활성탄/튜브형상 폴리피롤 복합 전극소재의 비축전용량 측정결과를 하기 표 2에 정리 하였다.

표 2

[0101]

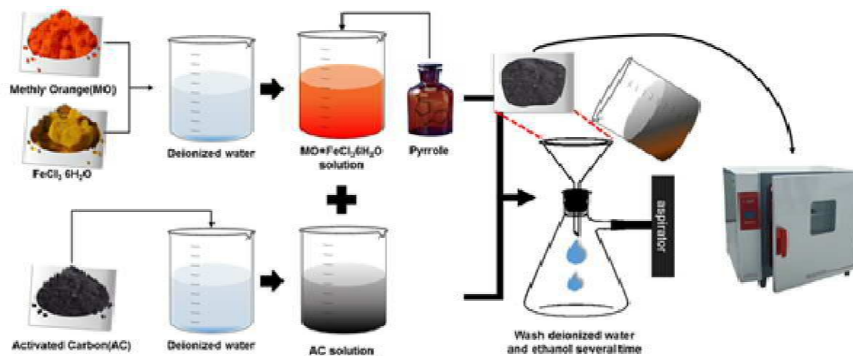
	비축전용량(F/g)
실시예 1	38
실시예 2	42
실시예 3	67
실시예 4	73
실시예 5	80
실시예 6	98
실시예 7	78
실시예 8	71
실시예 9	60
비교예 1	55
비교예 2	41

[0104]

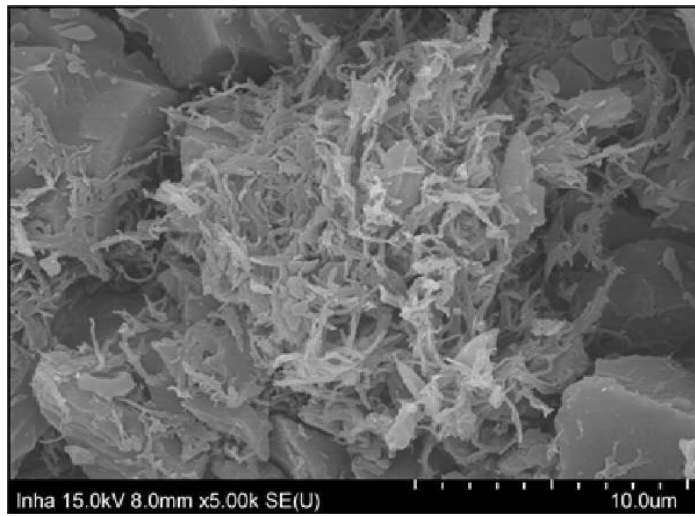
이상, 본 발명내용의 특정한 부분을 상세히 기술하였는바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서, 이러한 구체적인 기술은 단지 바람직한 실시양태일 뿐이며, 이에 의해 본 발명의 범위가 제한되는 것이 아닌 점은 명백할 것이다. 따라서 본 발명의 실질적인 범위는 첨부된 청구항들과 그것들의 등가물에 의해 정의된다고 할 것이다.

도면

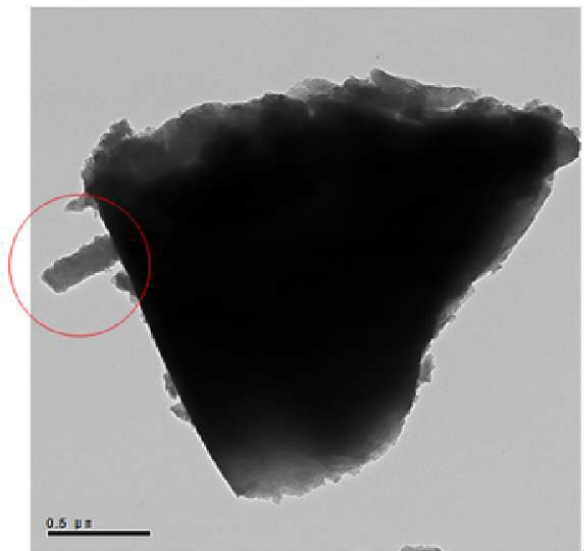
도면1



도면2



도면3



도면4

