



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2017년04월07일

(11) 등록번호 10-1724697

(24) 등록일자 2017년04월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C01B 31/02 (2006.01) B01J 19/08 (2015.01)

G03F 7/004 (2006.01) G03F 7/20 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2010-0030054

(22) 출원일자 2010년04월01일

심사청구일자 2015년02월13일

(65) 공개번호 10-2010-0114827

(43) 공개일자 2010년10월26일

(30) 우선권주장

12/386,303 2009년04월16일 미국(US)

(56) 선행기술조사문현

US20060121613 A1

US20010001703 A1

JP2002356317 A

(73) 특허권자

노스롭 그루만 시스템즈 코퍼레이션

미국 버지니아 폴스 처치 페어뷰 파크 드라이브
2980 (우: 22042-4511)

(72) 발명자

쥘예, 에스. 스캇

미국 90025 캘리포니아 로스엔젤레스 #309 코린쓰
애비뉴 1711

(74) 대리인

이재민

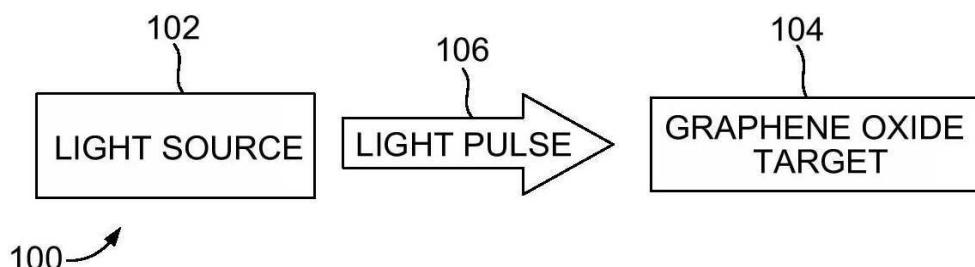
전체 청구항 수 : 총 20 항

심사관 : 최문정

(54) 발명의 명칭 그래핀 산화물의 탈산소공정

(57) 요 약

본 발명에 의하면 그래핀 산화물(graphene oxide(GO))은 GO 타깃(target)의 탈산소반응(a deoxygenation reaction)을 초기화하는 충분한 전력을 갖는 광(light)에 노출된다. 상기 GO 타깃의 탈산소공정은 그래핀으로 GO 타깃을 변환하는 것이다.

대 표 도 - 도1

명세서

청구범위

청구항 1

그래핀 산화물(graphene oxide(GO)) 타깃(target)의 탈산소반응(a deoxygenation reaction)을 초기화하는 충분한 전력을 갖는 광(light)에 GO 타깃을 노출하는 단계;를 포함하며 상기 GO 타깃의 탈산소반응은 GO 타깃을 그레핀으로 변환하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

다공질 GO 구조체로 GO 타깃을 구비하는 단계를 포함하며, 다공질 GO 구조체는 다공질 GO 구조체의 탈산소반응의 프로파게이션을 위한 충분한 표면영역을 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 구비하는 단계는 다공질 GO 구조체를 형성하기 위해 그래핀 산화물의 분산제를 건조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 4

제3항에 있어서,

상기 건조하는 단계는 다공질 GO 구조체를 형성하기 위해 그래핀 산화물의 분산제를 냉동건조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 5

제3항에 있어서,

밀리리터 당 그래핀 산화물 5mg 내지 15mg 사이의 그래핀 산화물 밀도로 갖는 그래핀 산화물의 분산제를 형성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

GO 타깃의 탈산소반응은 GO 타깃의 광열분해(photothermal decomposition)인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

GO 타깃의 탈산소반응 동안에 산소를 제한하는 산소제한 촉매제(an oxygen-scavenging catalyst)와 GO 타깃을 혼합하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 산소제한 촉매제는 하나 또는 그 이상의 니켈, 동, 실리콘 및 마그네슘을 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

박막 필름과 같이 GO 타깃을 형성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 10

제9항에 있어서,

박막 필름과 같이 GO 타깃을 형성하는 단계는,

1nm 와 20 microns 사이의 두께를 갖는 박막 필름과 같이 GO 타깃을 형성하는 단계를 포함하는 하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 11

제9항에 있어서,

광에 GO 타깃을 노출하는 단계는 마이크로 또는 나노 크기 패턴 (micro-or nano-scale patterns)대로 그래핀을 형성하기 위해 박막 필름을 노출하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 12

제11항에 있어서,

박막 필름을 노출하는 단계는 마이크로 또는 나노 크기 패턴 (micro-or nano-scale patterns)대로 그래핀을 형성하기 위해 노광광원(a photolithographic light source)으로부터 광에 박막 필름을 노출하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 13

제12항에 있어서,

촉매 금속 물질(a catalytic metal substrate)에 박막 필름과 같은 GO 타깃을 형성하는 단계를 포함하며,

상기 촉매 금속 물질은 GO 타깃의 탈산소반응 동안에 산소를 제한하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 14

제1항에 있어서,

광에 GO 타깃을 노출하는 단계는, 200nm와 400nm 사이의 파장을 갖는 광에 GO 타깃을 노출하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 15

GO 타깃(a graphene oxide (GO) target)과;

GO 타깃으로부터 원격지에 위치되는 광원;을 포함하며,

상기 광원은 GO 타깃에서 탈산소반응을 초기화하는 충분한 전력을 가지며 GO 타깃 방향으로 광펄스를 방사하는 구조인 것을 특징으로 하는 장치.

청구항 16

제15항에 있어서,

상기 GO 타깃은 그래핀 산화물의 다공성 구조를 포함하는 것을 특징으로 하는 장치.

청구항 17

제16항에 있어서,

상기 그래핀 산화물의 다공성 구조는 그래핀 산화물의 냉동건조 구조를 포함하는 것을 특징으로 하는 장치.

청구항 18

제15항에 있어서,

상기 GO 타깃은 그래핀 산화물의 박막 필름을 포함하는 것을 특징으로 하는 장치.

청구항 19

제18항에 있어서,

상기 광원은 그래핀 산화물의 박막 필름을 폐던화하는 구조의 평판광원(a lithographic light source)을 포함하고,

상기 박막 필름은 GO 타깃의 탈산소반응 동안에 산소를 제한하는 촉매 금속 물질에 형성되는 것을 특징으로 하는 장치.

청구항 20

제15항에 있어서,

상기 광원은 레이저를 포함하는 것을 특징으로 하는 장치.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은 그래핀에 관한 것으로 특히 그래핀 산화물의 환원에 관한 것이다.

배경 기술

[0002]

그래핀은 매우 유용한 성질을 갖는 탄소원자의 단일층이다. 그래핀은 기계적 박리(mechanical exfoliation), 애픽택시얼 성장(epitaxial growth)과 실리콘 카바이드(silicon carbide) 또는 그래핀 산화물(graphene oxide)의 환원에 의해 그래파이트(graphite)로부터 구해질 수 있다. 그래핀을 구하기 위해 그래핀 산화물을 환원하는 방법은 환원제를 이용하는 것이지만 환원제는 유독성이고 불안정적이다. 그래핀을 환원하는 또 다른 방법은 아르곤 환경에서 고온(> 1000°C)으로 그래핀 산화물을 가열하는 단계를 포함하는 것이다. 그래핀의 생성방법과 관련하여 비용과 위험성 때문에 환원제를 필요로 하지 않고 높은 온도를 요구하지 않으며 불활성 가스환경 아닌 조건에서 그래핀 산화물을 환원하는 방법을 찾는 것이 바람직하다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0003]

본 발명은 상술한 조건을 만족하는 방법이다. 그래핀 산화물(graphene oxide(GO))은 GO 타깃(target)의 탈산소반응(a deoxygenation reaction)을 초기화하는 충분한 전력을 갖는 광(light)에 노출된다. 상기 GO 타깃의 탈산소과정은 그래핀으로 GO 타깃을 변환하는 것이다. 본 발명의 또 다른 실시예는 장치를 포함한다. 상기 장치는 GO 타깃과, GO 타깃으로부터 원격지에 구비되는 광원을 포함한다.

[0004]

상기 광원은 GO 타깃에서 탈산소반응을 초기화하는 충분한 전력을 가지며 GO 타깃 방향으로 광펄스를 방사하는 구조이다.

과제의 해결 수단

[0005]

본 발명의 특허청구범위 제1항에 기재된 발명은, 그래핀 산화물(graphene oxide(GO)) 타깃(target)의 탈산소반응(a deoxygenation reaction)을 초기화하는 충분한 전력을 갖는 광(light)에 GO 타깃을 노출하는 단계;를 포함하며 상기 GO 타깃의 탈산소반응은 GO 타깃을 그래핀으로 변환하는 것을 특징으로 한다.

도면의 간단한 설명

[0006]

도1은 본 발명에 의한 그래핀 산화물 타깃으로 광펄스를 방사하는 광원을 포함하는 장치의 실시예를 도시한 것이고,

도2는 도1에 도시된 그래핀 산화물 타깃의 탈산소반응의 초기화를 위한 공정을 도시한 것이고,

도3은 탈산소반응 전과 후에 그래핀 산화물 품의 샘플을 도시한 것이고,

도4는 아몰퍼스 카본(b)와(c)의 샘플과 프로파게이션(propagation) 동안에 그래핀 산화물 품 타깃의 반응전(a)을 도시한 것이고,

도5는 탈산소반응의 전(a)과 후(b)에 그래핀 산화물의 X-ray 광전자 분광법(X-ray photoelectron spectroscopy spectrum)과 탈산소 그래피ック 카본의 분산체(several dispersions of deoxygenated graphitic carbon)를 도시한 것이고,

도6은 탈산소반응 전(a)과 후(b)의 그래핀 산화물 필름을 도시한 것이고,

도7은 도6의 탈산소 필름의 일련의 이미지를 도시한 것이고,

도8은 본 발명에 의한 도1에 도시된 장치의 다른 실시예를 도시하고 그래핀 산화물 타깃에 근접한 연료원(a fuel source)를 도시한 것이고,

도9는 그래핀 산화물 품을 플래시(flapping)하는 것으로부터 에탄올 증기의 발화를 도시한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0007]

이하, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 본 발명을 용이하게 실시할 수 있을 정도로 상세히 설명하기 위하여, 본 발명의 가장 바람직한 실시예를 첨부된 도면을 참조로 하여 상세히 설명하기로 한다. 본 발명의 목적, 작용, 효과를 포함하여 기타 다른 목적들, 특징점들, 그리고 작동상의 이점들이 바람직한 실시예의 설명에 의해 보다 명확해질 것이다.

[0008]

도1에서 장치(100)는 광원(102)과 그래핀 산화물(a graphene oxide (GO)) 타깃(104)을 포함한다. 상기 그래핀 산화물(GO)은 깊게 착색되고 수분산(water dispersible)이며 강력한 산화제로 그래파이트 파우더의 처리를 통해 얻어진 그래핀 형태로 산화된다. 상기 광원(102)은 광에 GO 타깃(104)을 노출하도록 구성된다. 예를 들면 GO 타깃(104) 방향으로 광펄스(106)를 방사하는 구성이다. 상기 광원(102)은 레이저, 플래시 전구 또는 램프, 아크 램프, 전자발광램프(예:light emitting diodes), 가스방전등 또는 전기백열등(예: 제논 플래시 램프, 네온과 아르곤 램프), 고밀도 방전(high-intensity discharge, HID) 램프(예: 제논 아크램프, 수은 가스램프, 금속 할로겐 램프), 그 밖의 다른 광원 또는 상기 램프들의 조합을 포함한다.

[0009]

상기 광원(102)은, 광펄스(106)의 특성이 GO 타깃(104) 내에서 탈산소화 반응을 초기화하는데 충분하도록 구성된다. 예를 들어 상기 광펄스(106)는 GO 타깃(104)의 광열분해(photothermal decomposition) 또는 발화(ignition)를 일으키고, 그래핀으로 그래핀 산화물을 환원하며, 당해 기술분야의 통상의 지식을 가진자라면 충분히 기대될 수 있는 것이다. 예를 들어 다중 광펄스는 GO 타깃(104)의 다중 위치에서 발열을 발생하는데 이용될 수 있다. 상기 GO 타깃(104)의 탈산소반응에 영향을 주는 광펄스(106)의 특징은 광주파수(예: 자외선, 가시광선, 적외선), 밀도 및 주기를 포함하는 것이다. 예를 들어 상기 광펄스(106)는 레이저로부터의 광펄스와 같은 단일 지배주파수를 포함한다. 또한 상기 광펄스(106)는 카메라 플래시로부터의 광펄스와 같은 다수의 주파수를 포함한다.

[0010]

실시예에서 광펄스(106)는 200nm 내지 400nm 사이의 파장을 포함한다. 또한 다른 실시예에서 광펄스(106)는 약 231nm에서 GO의 흡수피크(an absorption peak)와 일치하는 파장을 포함한다. 보다 긴 파장은 반응을 초기화(initiating)하는데 효과적이지만 상기 GO는 보다 긴 파장에서 보다 낮은 흡수 에너지를 갖는다. 실시예에서 광펄스(106)에 대한 펄스주기는 50ms까지 10μs의 간격이다. 보다 길거나 짧은 주기가 가능하고 광펄스(106)의 특성과 GO 타깃(104)에 의한 흡수에 따라 정해질 수 있다.

[0011]

실시예에서 광펄스(106)의 총에너지는 펄스 주기감소와 같이 증가한다. 예를 들면 보다 짧은 펄스는 반응의 개선된 초기화를 위해 보다 큰 전력의 펄스와 일치한다. 실시예에서 반응의 초기화는 GO 타깃(104) 내에 열전달에 기초한다. 예를 들어 광펄스(106)는 200°C로 GO 타깃(104)을 가열하는 구조이다.

[0012]

실시예에서 광원(102)은 광펄스(106)를 갖는 GO 타깃(104)을 집적 노출하도록 구성된다. 또 다른 실시예에서 광원(102)은 하나 또는 그 이상의 렌즈, 셔터, 거울 마스크(mirror mask), 광학섬유, 광학회로 또는 장치 또는 위 장치들의 조합을 포함한다. 제1 실시예에서 상기 광원(102)은 다수의 각각의 광원을 포함하고 상기 광원(102)은 광펄스(106)를 제공하도록 촛점이 맞추어지고 조립된다. 제2 실시예에서 상기 광원(102)은 펄스 레이저원(a pulsed laser source)을 포함한다. 제3 실시예에서 상기 광원(102)은 광펄스(106)를 제공하는 고속셔터를 갖는 연속광원(연속파장 레이저)을 포함한다. 제4 실시예에서 상기 광원(102)은 광펄스(106)를 제공하는 디지털 마

이크로 거울장치(digital micromirror device) 또는 다른 광학 반도체를 포함한다. 예를 들어 상기 디지털 마이크로 거울장치(digital micromirror device)는 광펠스(106)를 생성하는 GO 타깃(104)으로부터 이격되거나 GO 타깃(104) 방향으로 광의 방향을 바꾼다. 제5 실시예에서 광원(102)은 노광광원(a photolithographic light source)을 포함한다.

[0013] 상기 GO 타깃(104)은 탈산소반응의 초기화를 위해 표면영역 및/또는 충분한 밀도를 포함한다. 제1 실시예에서 GO 타깃(104)은, 다공성 재료 또는 파우더와 같은 다공성 그래핀 산화물(GO) 구조를 포함한다. 실시예에서 다공성 GO 구조는 그래핀 산화물의 분산제를 건조하여 생성된다. 건조기술은 분산제를 냉동건조하는 단계 또는 진공상태에서 P_2O_5 를 갖는 분산제를 건조하는 단계를 포함한다. 상기 진공상태에서 건조하는 단계는 발화를 위한 그래핀 산화물의 바람직한 형태를 구하기 위해 몇 일이 소요될 수 있다. 실시예에서 그래핀 산화물의 분산제는 물의 1m 당 그래핀 산화물의 5mg 내지 15mg의 밀도를 포함한다($1\% \pm 0.5\%$ 포화도).

[0014] 제2 실시예에서 GO 타깃은 그래핀 산화물의 박막을 포함한다. 상기 실시예에서 그래핀 산화물의 박막 필름은 1나노미터 내지 20 마이크론 두께로 형성된다. 실시예에서 박막 필름은 그래핀 산화물의 분산제를 필터링하여 생성된다. 적합한 필터의 실시예는 0.22 마이크론 Anapore™ filter (Al_2O_3)와 같은 멤브레인 필터이다. 예를 들어 분산제가 필터되고 필터에서 생성 필름(resulting film)이 박피되는 것이다. 다른 실시예에서 그래핀 산화물을 가지고 용매의 증착(evaporation), 스프레이 코팅 또는 스피드코팅과 같은 방법이 박막 필름을 생성하는데 이용될 수 있다. 상기 그래핀 산화물은 폴리머와 같은 가공처리할 수 있는 용액이기 때문에 용액으로부터 폴리머의 박막 필름을 생성하는 방법은 그래핀 산화물 필름을 생성하도록 이용될 수 있으며, 당해 기술분야의 통상의 지식을 가진자라면 충분히 기대될 수 있는 것이다.

[0015] 이하에서 장치(100)의 작동을 설명하기로 한다.

[0016] 도2의 순서도(200)는 GO 타깃(104)의 발화를 도시한 것이다. 상기 GO 타깃(104)은 두 경로 중의 하나에서 형성된다. 실시예에서 상기 GO 타깃(104)은 다공성 그래핀 산화물 구조를 포함한다. 상기 다공성 GO 구조는 그래핀 산화물 분산제를 형성하는 제1 형성에 의해 생성된다(단계 202). 상기 그래핀 산화물 분산제는 분산제를 건조하여 다공성 GO 구조로 형성된다(단계 204). 실시예에서 GO 타깃(104)은 그래핀 산화물 박막 필름을 생성하여 형성된다(단계 206). 상기 GO 타깃(104)은 광원(102)으로부터 광펠스(106)에 노출된다(단계 208). 상기 GO 타깃(104)은, 상기 GO 타깃(104) 내에 탈산소반응을 초기화하는 광펠스(106)로부터 광자(photons)를 흡수한다. 실시예에서 상기 광펠스(106)는 부가적인 동작없이 상기 GO 타깃(104)을 통해 탈산소반응(the deoxygenation reaction)과 반응전파(the reaction propagates)를 초기화하는 것이 필요로 된다.

[0017] 실시예에서 GO 타깃(104)의 탈산소반응은 GO 타깃(104)를 통해 전파하는 환원반응을 포함한다. 상기 환원은 그래핀으로 GO 타깃(104)을 변환하는 것으로 당해 기술분야의 통상의 지식을 가진자라면 충분히 기대될 수 있는 것이다. 상기 환원은 광펠스(106)에 의해 초기화되기 때문에, 단계(208)는 광범위한 조건, 예컨대 한정되지 않은 실내온도, 표준온도 및 기압(STO) 및 진공을 포함하는 조건에서 수행될 수 있다. 또한 GO 타깃(104)의 탈산화반응은 원격지에 위치된 광원(102)으로부터 초기화될 수 있다. 상기 탈산소반응을 트리거링 하는 최대범위는 광원(102)과 전달매체(예: 광학섬유, 공기, 진공, 외부공간)의 특성에 따라 정해지고, 상기 광펠스(106)는 GO 타깃(104)에 이르도록 진행한다. 예를 들어 광원(102)은 GO 타깃(104)으로부터 1m 떨어진 가열램프(heat lamp)를 포함한다.

[0018] 본 발명의 다양한 실시예들이 존재할 수 있다. 실시예에서 광원(102)은 노광광원(a photolithographic light source)을 포함한다. 상기 노광광원은 바람직한 패턴으로 그래핀을 형성하고 마이크로 또는 나노 크기 패턴 또는 특징(micro- or nano-scale patterns or features)을 생성한다. 실시예에서 그래핀 산화물의 박막 필름은 물질(substrate)에 형성된다. 실시예에서 물질은 니켈, 동, 실리콘 또는 마그네슘 물질과 같은 촉매재료를 포함한다. 실시예에서 상기 물질/촉매재료는 많은 양의 크리스탈 그래핀(the crystalline graphene)을 초래하는 그래핀 산화물의 생성 동안에 산소를 제한한다. 마그네슘 금속의 존재에서 카본 블랙(carbon black)으로의 CO_2 탈산소는 MgO를 생성한다. 상기 광펠스(106)에 의해 초기화되는 탈산소반응은 CO_2 를 생성하기 때문에, 촉매제(파우더 또는 GO 필름용 물질)와 같은 마그네슘의 존재는 MgO를 생성하도록 마그네슘에 의해 산소를 흡수해서 GO 타깃(104)의 탈산소반응의 그래핀 수율을 증가한다.

[0019] 패턴 또는 디자인 중의 하나는 광학회로 및/또는 디지털 마이크로 거울장치(digital micromirror devices)와 같은 광패턴 또는 조작기술에 의해 달성될 수 있다. 전기적 성질을 갖는 그래핀으로 인해, 전기회로가 환원 그래핀으로 패턴화될 수 있다.

- [0020] 다른 실시예에서 촉매제는 GO 타깃(104)으로 혼합되거나 추가될 수 있다. 예를 들어 니켈, 동, 실리콘 또는 마그네슘과 같은 촉매제를 제한하는 산소는 그래핀 산화물의 탈산소반응 동안에 산소를 제한할 수 있다. 이것은 많은 양의 크리스탈 그래핀을 초래하는 것이고 당해 기술분야의 통상의 지식을 가진자라면 충분히 기대될 수 있는 것이다.
- [0021] 도3(a)에 연갈색(a light brown graphene) 그래핀 산화물 폼 샘플이 도시된다. 상기 GO 폼 샘플은 $15\text{mg}/\text{cm}^2$ 밀도를 이루도록 $15\text{mg}/\text{ml}$ 분산제를 냉동건조하여 구비된다. 1000배 확대한 GO 폼 샘플의 스캐닝 전자 마이크로그래프(SEM, scanning electron micrograph)는 도3(b)에 구체적으로 도시된 다공성 천연폼을 도시한다. 상기 SEM 이미지에서 상기 GO 플레이트렛(platelet)은 직경 500nm 내지 $20\mu\text{m}$ 크기의 범위를 갖는 크럼pled 시트(crumpled sheet)로 나타나고, 다공성 3d 네트워크를 형성하도록 조합한다. 상기 GO 시트의 표면에 고착된 물의 추정량(trace amounts)은 경직된 폼(foam)이 되는 시트를 고정한다.
- [0022] 다공성 구조는 종래 증착(evaporation)과 같이 캐필러리 반응(capillary action) 때문에 플레이트렛의 고체 메트릭스 붕괴가 일어나지 않고(without causing collapse of the solid matrix) 물을 배수한다. 나노스케일 GO 플레이트렛의 저밀도 네트워크의 건조생성을 두 가지 목적을 제공한다. 첫째, 상기 플레이트렛의 표면과 체적 비율이 에너지 흡수에 대해 최대 표면영역을 제공하도록 증가된다. 둘째, 확산되는 흡수 에너지를 통하는 열적 전도경로가 환원된다. GO 폼 네트워크는 보다 큰 에너지 흡수를 가능하게 하고 에너지 저장이 달성될 수 있다. 그 결과로 보다 빠르고 극적인 온도 증가가 이루어질 수 있다.
- [0023] 사진플래시(a photographic flash)에 노출되자마자 GO 폼은 광음성 상호작용(a photoacoustic effect)에 영향을 주는 포평음향(a popping sound)을 발생한다. 연갈색(light brown)에서 암흑색(dark black)으로의 색상변화는 탈산소 그래피틱 카본(deoxygenated graphitic carbon (DGC))으로 예시된 변환(indicating conversion)을 플래시(flapping) 후에 즉시 관찰될 수 있다. 탈산소(예: 플래시(flapping)) 후에 상기 GO 폼은 발화하고, CO를 갖는 주산물로 CO_2 와 H_2O 를 발생하고 도3(c)에 도시된 바와 같이 탈산소 그래피틱 카본(deoxygenated graphitic carbon (DGC)) 재료와 같은 박리물(an exfoliated)이 남겨진다. 상기 샘플 주변의 연갈색 점들이 샘플 말단의 비반응 영역에서 나타나고 전파반응으로 폼을 팽창한다. 상기 DCG 재료의 SEM 이미지는 도3(d)에서 박리층(exfoliated layers)을 나타낸다. 이것은 박리된 그래파이트의 확장된 구조 또는 FGS(functionalized graphene sheets)에 의한 열적 환원된 GO를 나타낸다. 고배율의 확대(100,000배)에서 플래시 변환된 그래피틱 플레이트렛(graphitic platelets)의 확장된 성질이 나타나고 가장 얇은 확장된 시트의 두께는 $10\text{--}20\text{nm}$ 범위로 추정된다.
- [0024] 도4에서 $15\text{mg}/\text{ml}$ GO 폼의 도면에서 도4a의 광발화(photoignition) 후에 좌측 부분은 광열분해로 발화된 샘플(photothermally ignited the sample)을 도시한 것이고 우측부분은 반응전 전파(a propagation of the reaction front)를 도시한 것이다. 상기 샘플의 우측의 연갈색 영역은 비반응 GO이다. 무비 프레임 분석(Analysis of movie frames)에서, 반응이 약 10cm/sec 비율에서 샘플을 통해 움직이는 것을 알 수 있다. 플래시에 GO 샘플을 노출할 때에, GO 폼의 밀도에 용이한 점화와 반응전파가 영향을 미치는 것을 알 수 있다. 덴서(Denser) GO 폼($>50\text{ mg}/\text{cm}^2$)이 반응을 초기화하도록 근접범위($<1\text{mm}$)에서 몇몇 플래시를 필요로 하는 발화는 보다 어렵다. 보다 낮은 밀도 GO 폼($<5\text{mg}/\text{cm}^2$)이 발화하는 것이 용이하더라도 반응전 유지하는 연소를 통해 열을 충분히 생성하지 않고 스스로 전파(self-propagating)하지 않는다. 그러나 점화되면 반응전 이동하는 것만큼 CO_2 와 H_2O 를 배출하는 GO폼 구조를 통해 이동한다.
- [0025] GO 폼이 빈 플라스크에 있는 동안 원형 바닥 플라스크의 투명 유리를 통해 플래시되는 불활성가스 환경하에서 플래시될 수 있다. 두 가지 경우에서 GO 폼이 발화하고 반응이 폼의 별크를 통해 전파하며 GO의 연소는 전파하는 외부산소를 필요로하지 않는 것을 나타낸다. 개방형 환경에서 플래시되는 GO 폼은 연소 후에 주변 산소로 연소되고, 도4(b)에서 SEM 이미지에 도시된 바와 같이 단부에서의 아몰퍼스 카본(amorphous carbon)을 산출하도록 나타난다. 상기 아몰퍼스 카본은 기본적인 연소반응으로부터 CO_2 와 H_2O 를 제거한 후에 주변 산소로 세롭게 형성된 그래피틱 카본의 제2 연소에 영향이 미칠 수 있다. 아르곤과 같은 불활성 가스 환경에서 플래시된다면 GO 폼은 CO_2 와 H_2O 를 배출한 후에 주변 산소로 연소하지 않으며, 상기 CO_2 와 H_2O 는 도4(c)에 도시된 바와 같이 확장구조를 갖는 순수한 박리 샘플을 생성한다.
- [0026] 도5에서 DGC 재료는, 광열적으로 유도된 탈산소(photothermally induced deoxygenation)가 X-ray 광전자 분광(photoelectron spectroscopy (XPS))을 이용하여 카본 및 산소 함유물을 대해 분석된 후에 남겨진다. 상기 카본 및 산소 함유물은 플래시 후(도5(b))에 GO 초기 재료(도5(a))에 대해 68.7% 과 29.3%에서 92.1%과 7.7% 가

지 변화한다. 상기 잔여산소(the remaining oxygen)는 불완전한 탈산소로 인한 잔여기능(residual functionality)이 될 수 있다. 불완전한 탈산소 후에 남겨진 잔여기능은, DGC 시트가 다양한 폴라 아프로티ك 유기용매(a variety of polar aprotic organic solvents)로 분산되도록 한다. 플래시(flapping)하면 GO 품은 70%의 평균 매스 손실(an average mass loss)을 입는다. 확장된 DGC 재료의 반복된 플래시는 계속적인 광음성 포핑음향(a photoacoustic popping sounds)과 각 플래시 노출에 대해 측정 가능한 환원을 일으킨다. 반복된 플래시로부터 추가된 에너지는 대부분 변환된 DGC 재료가 CO_2 로 연속으로 산화를 일으키는 것을 추측할 수 있다. 상기 DGC의 압축된 펠렛(pellet)의 X-ray 파우더 굴절은 폭이 넓고, 생성물 연소가 그래피틱(graphitic) 후에 저-밀도-피크(low-intensity peak)는 $26.4^\circ 2\theta$ 이다. 상기 피크 폭은 그래피틱 평면(the graphitic planes)의 작은 크리스탈라인 도메인 사이즈와 확장된 시트의 터보스태틱 성질(turbostatic nature)을 나타낸다.

[0027] DGC의 저항측정은 환원 후에 GO 초기재료(starting material)에 대한 저항 $9.6 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ ($1.0 \times 10^{-3} \text{ S/m}$)로부터 $2.45 \Omega \cdot \text{cm}$ (40.7 S/m)까지 환원을 산출한다. 저항변화크기의 네 가지 순서(four order)는 다른 형태의 열적으로 환원된 GO와 일치한다. 플래시 GO 품의 확장된 성질 때문에, 상기 GO 품은 브러너 에미트 텔러 분석방법(the Braunaur Emmett-Teller (BET) analysis method)을 이용하여 표면영역에 대해 N_2 흡수를 측정하여 분석된다. 플래시 전에, 밀도 15 mg/cm^3 를 갖는 GO 품은 $6 \text{ m}^2/\text{g}$ 표면영역을 갖도록 측정된다. 값에 있어서의 큰 범위는 샘플 중량과 흡수된 물을 판단하는데 어렵게 하는 것을 알 수 있다. 플래시된 DGC의 수소 흡수는 실내온도에서 1.75%의 흡수가 이루어진다. 상기 GO 플래시로부터 얻어지는 DGC는 도5에 도시된 바와 같이, (1) n-methylpyrrolidone(NMP), (2) dimethylformamide(DMF), (3) tetrahydrofuran(THF), (4) nitromethane, 및 (5) acetonitrile를 포함하는 몇몇 아프로티ك 폴라 유기용매(several aprotic organic solvents)에서 분산될 수 있다.

[0028] GO 품 재료에 부가하여, GO에서 DGC로의 광열변환(the photothermal conversion)은 GO 필름의 플래시에 적용가능하다. 박막 GO 필름(두께 $< 1\mu\text{m}$)은 $0.2 \mu\text{m}$ nylon MilliporeTM filter를 열적 절연하고 희석된 GO 분산을 필터링하여 생성된다. 도6 내지 도7에서 플래시 전에 구리 투과전자현미경(transmission electron microscopy (TEM))를 갖는 여과를 통해 얻어지는 GO 필름의 광학 마이크로스코프 이미지가 도6(a)에 도시된다. 마스크와 같은 TEM 그리드를 이용해서 TEM 그리드의 패턴은 도6(b)의 광학현미경 이미지에 도시된 것과 같은 GO 필름으로 전이된다. 상기 노출영역 마스크된 GO 필름과 대조되는 암흑색으로 변화한다. 도7(a),(b) 및 (c)에 도시된 SEM 이미지와 같이 탈산소화, CO_2 와 H_2O 의 지속적인 방출은 표면으로부터 DGC의 플레이트렛(the platelets of DGC)을 블로우(blow) 한다.

[0029] 높은 흡광계수 재료로 구성된 나노분자는 짧은 펄스의 광도에 노출되는 것에 따라 현저한 온도증가를 달성할 수 있다. 상기 온도증가는 표면과 체적비의 증가 및 흡수광 에너지를 제거하여 열적 경로의 갯수 감소의 결과를 가져온다. 다른 나노재료의 플래시로부터 분리되어 GO의 광열발화를 설정하는 분명한 특징 중의 하나는 재료를 단지 발화하거나 용융하는 것을 대신할 수 있는 것이고, 우리는 발열분해반응을 초기화할 수 있는 것이다. 이것의 잇점은, 다른 나노재료들과 같이 발화에 필요한 에너지가 플래시 광원에 의해 단독으로 제공되지 않은 것이다.

[0030] 이것은, 입자들이 시스템에 에너지를 부가하기 때문에 발화를 달성하도록 저전력 광원 및/또는 큰 입자의 사용을 가능하게 하는 것이다. 패턴닝 적용(patterning applications)에 있어서 GO와 DGC 사이의 용해도 차이는 박막 GO 필름의 노출되고 마스크된 영역을 빠르게 분리하는데 이용될 수 있다. 유기 용매의 이용에서 GO 필름의 브로큰업 플래시된 영역(the broken-up flashed areas)이 세척되고 마스크된 GO 부분을 남겨둔다. 패턴화된 GO 필름의 화학적 환원 또는 열적 환원에서 환원된 GO는 높은 전도 패턴을 생성하는 것을 가능하게 한다.

[0031] 도8에서 장치(800)는 GO 타깃(104)에 인접한 연료원(802)을 갖는 장치(100)의 다른 실시예를 도시한 것이다. 실시예에서 그레핀 산화물의 환원반응에 의해 발생된 열이 연료원(802)에 의해 전달되고 전도되고 흡수된다. 상기 연료원(802)은, GO 타깃(104)의 환원으로부터 열에 의해 발화될 수 있는 만큼 보다 낮은 발화온도를 포함한다. 실시예에서 연료원(802)은 로켓 연료이다. 또 다른 실시예에서 GO 타깃(104)은 연료원(802) 내에서 분산되거나 혼합되는 GO 플레이트렛으로 형성된다.

[0032] 액체 연료에 GO 플레이트렛을 분산함으로써, 스파크 플러그에 마주하는 것과 같이 광 플래시를 이용하여 연료의 발화를 초기화하는 것이 가능하다. 연료/산화제 혼합제의 조명은 동시에 여러 위치에서 일어나는 발화에 의해 연소를 향상한다. 전기 스파크의 주요 단점 중의 하나는 단일 점의 발화원이다. 이상적으로 다중 발화 발생사이트(multiple ignition nucleation site)는 보다 제어가능하도록 보다 효율적이고 보다 신뢰할 수 있는 발화

및 연소를 가능하게 한다. 이것은 액체 연료 로켓과 같은 적용에 유용하며 현재 발화방법은 하나 또는 그 이상의 단점을 갖는 것으로 알려져 있다. 연소의 불안정성 및 시동시와 같은 문제는 심각한 손상 뿐만 아니라 엔진 효율에서 감소를 일으키고 환경오염을 증가한다. 로켓 엔진에서 약 30% 정도의 연소 불안정성은 엔진손상을 가져오고 카고(cargo)와 인간생활의 손실을 가능하게 하고 추진체의 초기 에너지 배출 프로세스의 성질로 역추적 될 수 있다.

[0033]

연료로 더해질 수 있는 광발화와 같은 단일 벽 카본 나노튜브(SWNTs)를 이용한 이전의 테스트에서, SWNTs는 주변 산소의 존재로 오직 점화하는 것이 발견되고 테스트 연료로 잘 분산되지 않는 것을 알 수 있다. SWNTs의 플래시는 철촉매제 포화에 매우 의존한다. 산소를 공급하고 알콜과 같은 연료에서 매우 분산가능하기 때문에 GO는 연료에 대한 발화촉진제로서 이용될 수 있다. 예비실험에서 우리는 광열 유발제와 같은 GO를 이용하여 에탄올을 성공적으로 발화할 수 있다. 도9(a), (b) 및 (c)에서 연속적인 이미지는 에탄올 증기를 갖는 GO 품의 샘플을 도시한다. 도9(b)의 플래시 이후에 상기 에탄올은 GO 발화의 결과와 같이 용이하게 발화된다. 상기 에탄올 연료가 소모된 후에 우리는 도9(c)에서 연소반응의 결과와 같은 DGC 발광 적색(the DGC glowing bright red)을 볼 수 있다. 발화공정의 고온계 판독은 우리가 400-500°C의 온도를 달성할 수 있는 플래시 GO에 의해 나타난다.

[0034]

과거 10년 이상, 종래 가솔린 엔진에서 연료효율을 개선하고 청정한 연료에 대한 연구를 지속해 왔으며 대체 가솔린 엔진의 대체 연료에 대한 연구도 지속되어 왔다. 이러한 지속적인 연구 중의 하나는 스파크 발화(a spark ignition (SI)) 엔진의 낮은 배기량(emission)을 갖는 디젤엔진의 높은 효율과 결합하는 예혼합압축착화엔진(a homogeneously charge compression ignition (HCCI) engine)의 개념이다. 일반적인 HCCI 엔진에서 연료와 공기는 SI 엔진과 유사하게 혼합되지만, 발화는 디젤엔진과 유사한 고압하에서 자동발화가 발생한다. HCCI 엔진의 고압비는 현재 SI 엔진 보다 15% 상승 증가한 효율을 제공한다. 현재 HCCI와 관련한 주요과제 중의 하나는 예상치 않은 압축 유도 발화 공정을 제어하는 것이다. 그래핀 산화물과 같은 발화촉진제를 이용하여 동일한 비율의 연료 및 공기의 폭발을 일으키는 정확한 발화 타이밍을 제공하는 HCCI 엔진에서 분배 발화를 달성하는 것이 가능하게 될 수 있다.

[0035]

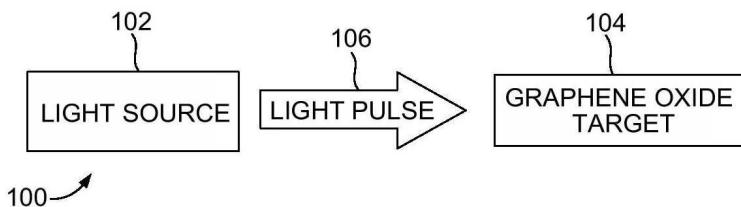
실시예에서 장치(100)는 하나 또는 그 이상의 전자요소, 하드웨어요소 및 컴퓨터 소프트웨어요소와 같은 다수의 요소를 포함한다. 상기와 같은 다수의 요소는 장치(100)에서 결합되거나 분할될 수 있다. 상기 장치(100, 예: 광원 102)의 실시예 요소는 다수의 프로그래밍 언어를 수행하거나 일련의 컴퓨터 명령어 및/또는 세트를 포함하거나 및/또는 사용하며, 당해 기술분야의 통상의 지식을 가진자라면 충분히 기대될 수 있는 것이다.

[0036]

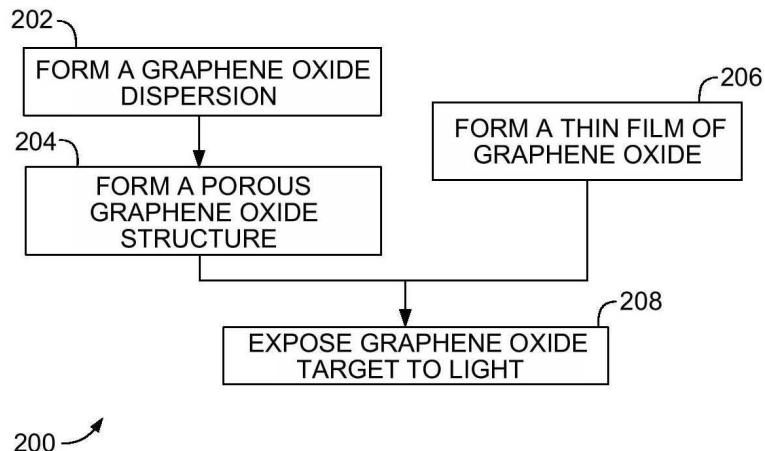
참고로 본 발명의 구체적인 실시예는 여러가지 실시 가능한 예 중에서 당업자의 이해를 돋기 위하여 가장 바람직한 실시예를 선정하여 제시한 것일 뿐, 본 발명의 기술적 사상이 반드시 이 실시예에만 의해서 한정되거나 제한되는 것은 아니고, 본발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위내에서 다양한 변화와 부가 및 변경이 가능함은 물론, 균등한 타의 실시예가 가능함을 밝혀 둔다.

도면

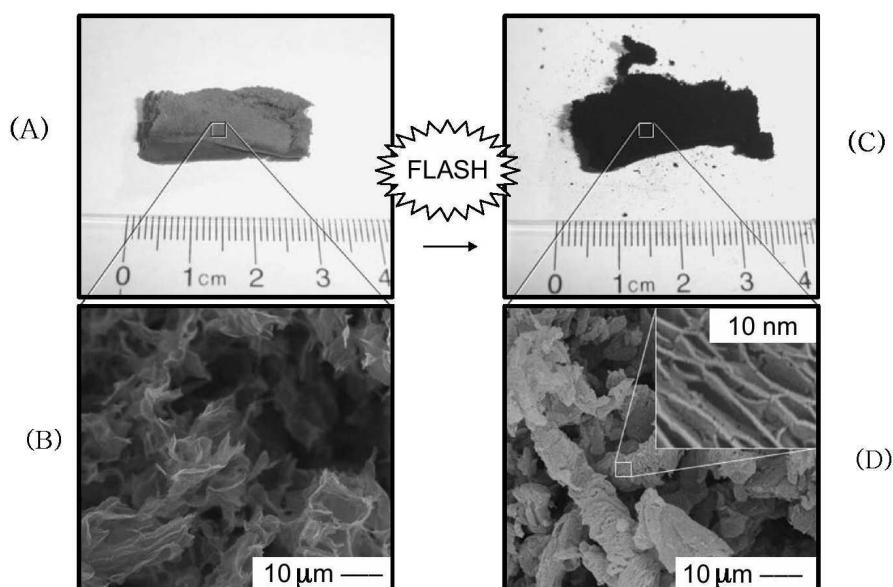
도면1



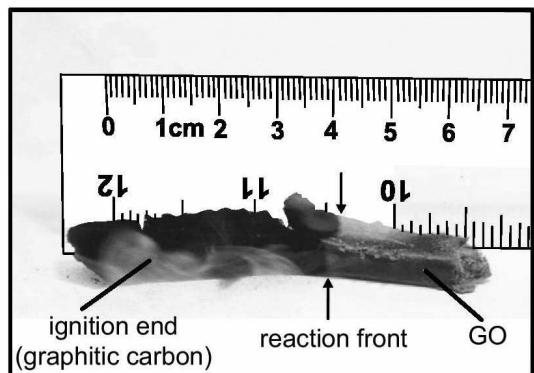
도면2



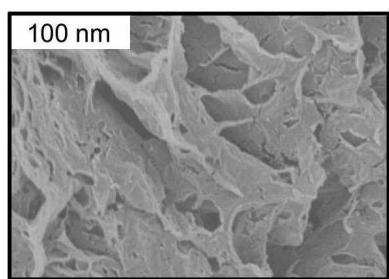
도면3



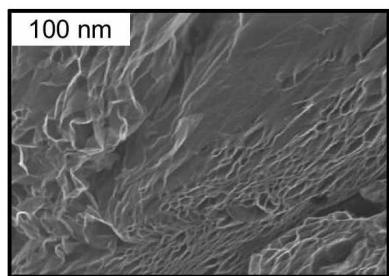
도면4



(A)

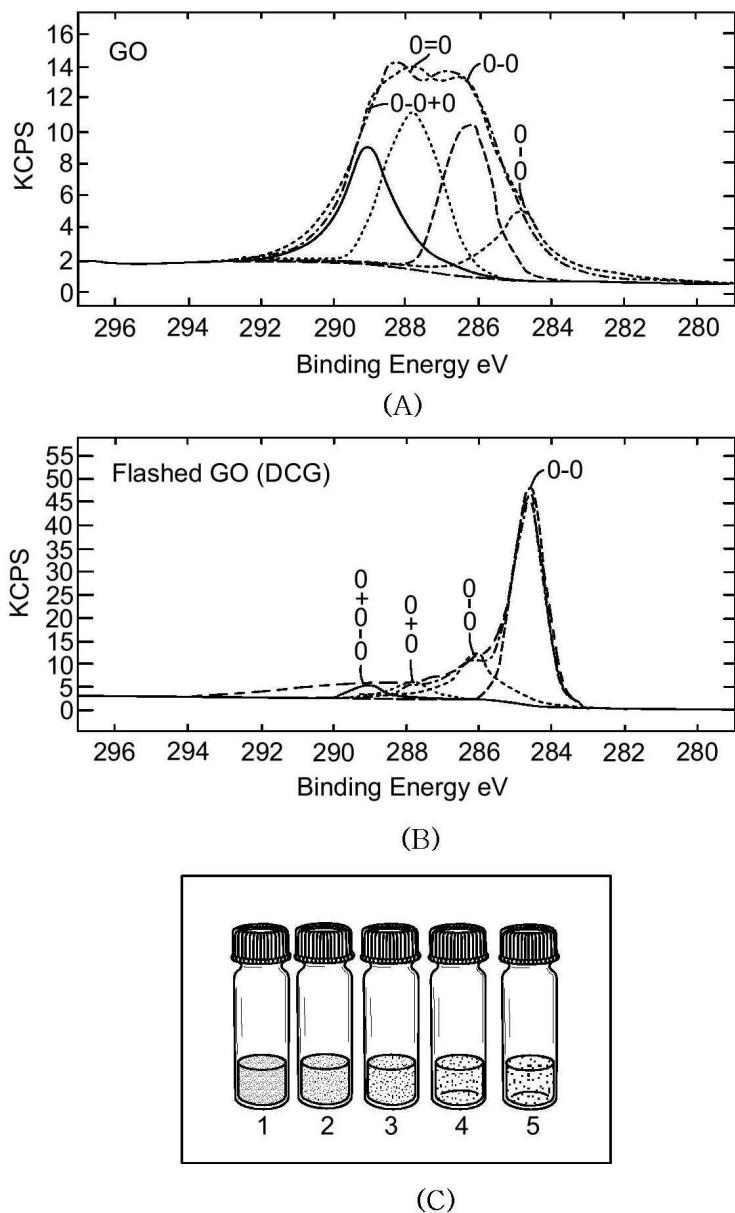


(B)

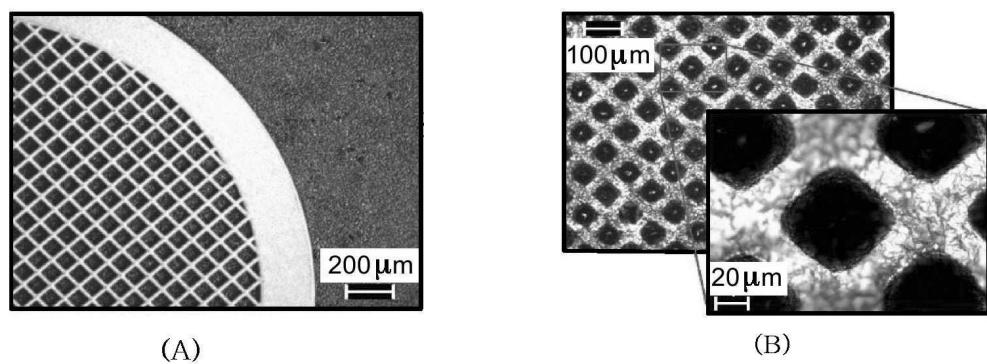


(C)

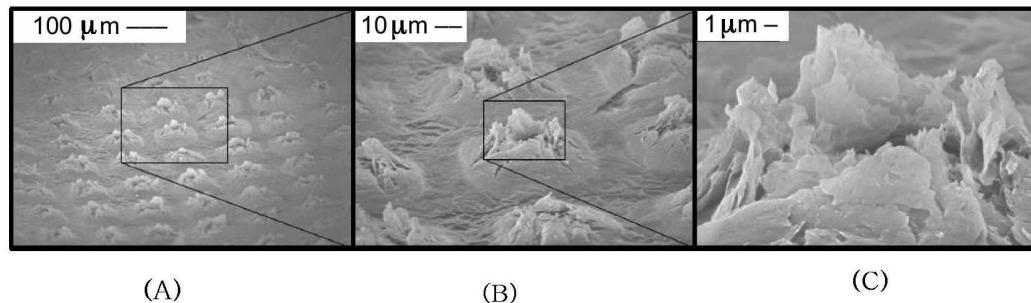
도면5



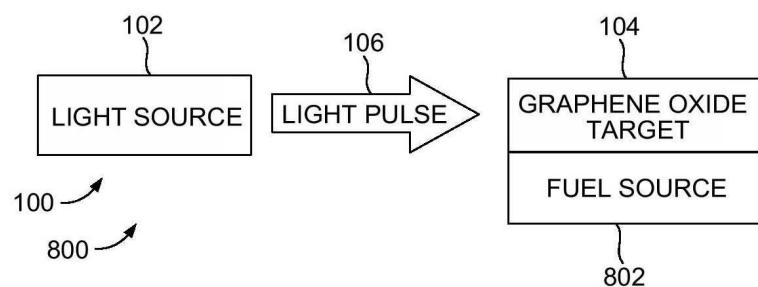
도면6



도면7



도면8



도면9

