(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0142934
(43) 공개일자 2017년12월28일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 32/10 (2017.01) *B01J 13/00* (2006.01)
C01B 32/168 (2017.01) *C01B 32/182* (2017.01)
(52) CPC특허분류
C01B 32/05 (2017.08)
B01J 13/0091 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2017-0077525
(22) 출원일자 2017년06월19일
심사청구일자 2017년06월19일
(30) 우선권주장
1020160075610 2016년06월17일 대한민국(KR)

(71) 출원인
한국기계연구원
대전광역시 유성구 가정북로 156 (장동)
(72) 발명자
오영석
경상남도 김해시 율하2로 125, 1003동 1401호 (율하동, 율현마을 동원로얄듀크아파트1차)
엄문광
경상남도 창원시 성산구 동산로 115, 118동 1305호 (상남동, 대동아파트)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김태선

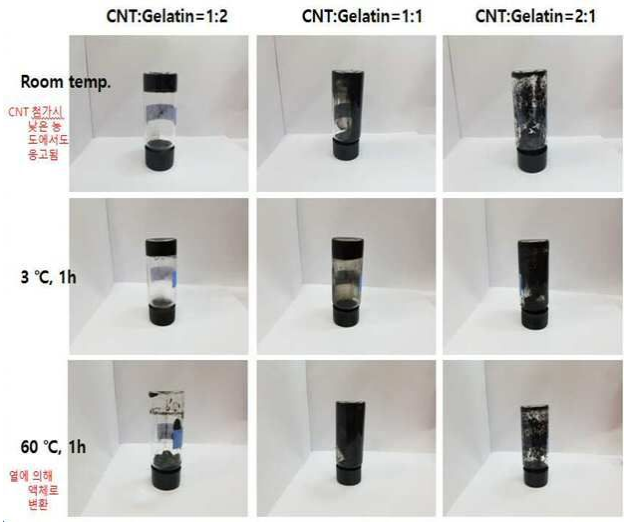
전체 청구항 수 : 총 13 항

(54) 발명의 명칭 **탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법 및 이에 의하여 제조된 탄소 에어로겔 전구체**

(57) 요 약

본 발명은 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법 및 이에 의하여 제조된 탄소 에어로겔 전구체에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 바인더로서 젤라틴을 혼합함으로써, 직경 및 길이가 일정하게 조절되지 않은 탄소 재료를 사용하더라도 탄소 에어로겔의 변환이 가능하며, 본 발명에 의하여 제조된 탄소 에어로겔 전구체는 첨가제의 상변환에 따라 액상과 고상으로의 가역적인 상변환이 가능하여 가공성, 운반성 및 작업성이 용이하다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C01B 32/168 (2017.08)
C01B 32/194 (2017.08)
C01B 32/23 (2017.08)
C01P 2004/61 (2013.01)
(72) 발명자
이진우
경상남도 창원시 성산구 토월로27번길 18, 103동 404호 (상남동, 상남 꿈에그린)
이강은
경상남도 창원시 성산구 용지로 56, 1011호 (중앙동)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 PNC9840
부처명 미래창조과학부
연구관리전문기관 한국연구재단
연구사업명 신진연구지원사업
연구과제명 3차원 탄소나노구조체 프리폼을 이용한 고성능 복합소재개발
기 여 율 1/2
주관기관 한국기계연구원부설 재료연구소
연구기간 2016.07.01 ~ 2017.06.30
이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 PNK5340
부처명 미래창조과학부
연구관리전문기관 국가과학기술연구회
연구사업명 주요사업
연구과제명 3차원 다공성 탄소나노구조체 기반 고내열 복합재료 제조 기술 개발
기 여 율 1/2
주관기관 한국기계연구원부설 재료연구소
연구기간 2017.01.01 ~ 2017.12.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

용매에 탄소 재료 및 분산제를 혼합하여 탄소재료 분산액을 만드는 단계;

상기 탄소재료 분산액의 농도를 조절하는 단계;

상기 탄소재료 분산액에 바인더를 혼합하여 혼합액을 제공하는 단계; 및

상기 혼합액을 분산시켜 겔 상변화된 혼합액을 수득하는 단계; 를 포함하는

탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 겔 상변화된 혼합액을 에탄올에 침지시켜서 상기 분산제를 제거하는 단계; 를 더 포함하는

탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 탄소재료는 탄소나노튜브, 그래핀, 산화그래핀 및 탄소섬유로 이루어진 그룹에서 선택되는 것인

탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 탄소재료는 직경 0.8 nm 이상, 길이 100 nm 이상이고,

상기 탄소재료 분산액에 포함된 탄소재료의 농도는 0.001 내지 30 중량%인 것인

탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 용매는 메틸알콜(MeOH), 에틸알콜(EtOH), 프로필 알콜(PA), 아이소프로필 알콜(IPA), 부탄올(BA), 에틸렌 글라이콜 (EG), 1,2-디클로로벤젠, 디메틸포름아마이드(DMF), 디메틸아세트아미드(DMAc), 메틸에틸케톤(MEK), 메틸아이소부틸케톤(MIBK), 부틸셀로솔브(BC), 부틸셀로솔브아세테이트(BCA), n-메틸-2-피로리돈(NMP), 에틸아세테이트(EA), 부틸아세테이트(BA), 아세톤(Acetone), 사이클로헥사논(cyclohexanone) 또는 톨루엔으로 이루어진 그룹에서 선택되는 유기 용매 또는 물인 것인

탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 분산제는 Alkyl sulfate 계통인 SDS (Sodium dodecyl sulfate), LDS (Lithium dodecyl sulfate), NaDDS (Sodium dodecylbenzene sulfonate), SDSA (Sodium dodecyl sulfonate) 또는 SDBS (Sodium dodecylbenzenesulfonate)로 이루어진 그룹에서 선택되는 음이온성 분산제, 또는

CTAC (Cetyltrimethyl ammonium chloride), CTAB (Cetyltrimethyl ammonium bromide) 또는 DTAB (Dodecyl-trimethyl ammonium bromide) 로 이루어진 그룹에서 선택되는 양이온성 분산제, 또는

glycerol monostearate, sorbitan monooleate, Tween 80, PVA (Polyvinyl alcohol), PMA (Polymethyl acrylate), MC (Methyl cellulose), CMC (Carboxyl methyl cellulose), GA (Gum Arabic), Polysaccharide (Dextrin), PEI (Polyethylenimine), PVP (Polyvinylpyrrolidone) 또는 PEO (Polyethylene oxide), Poly(ethylene oxide)-Poly(butylene oxide) 삼원공중합체로 이루어진 그룹에서 선택되는 비이온성 분산제인 것인

탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

상기 탄소재료 분산액의 농도를 조절하는 단계에서는 상기 탄소재료 분산액의 농도를 0.001 내지 30 중량%로 조절하는 것인

탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법.

청구항 8

제 1 항에 있어서,

상기 탄소재료 분산액의 농도를 조절하는 단계에서는 용매를 증발시키는 것인

탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법.

청구항 9

제 1 항에 있어서,

상기 바인더는 젤라틴, 키토산 또는 메틸셀룰로스, 에틸셀룰로스, 에틸메틸셀룰로스, 하이드록시에틸셀룰로스, 하이드록시프로필셀룰로스, 메틸하이드록시에틸셀룰로스, 에틸하이드록시에틸셀룰로스, 하이드록시프로필메틸셀룰로스, 카복시메틸셀룰로스, 및 이의 혼합물로 구성된 군으로부터 선택되는셀룰로오스인 것인

탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법.

청구항 10

제 1 항에 있어서,

상기 탄소재료 분산액 전체 100 중량부당 상기 바인더는 50 내지 300 중량부의 비율로 혼합하는 것인

탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법.

청구항 11

제 1 항 내지 제 10 항 중 어느 한 항의 제조 방법에 의하여 제조된 탄소 에어로겔 전구체.

청구항 12

제 11 항에 있어서,

상기 탄소 에어로겔 전구체는 온도에 따라 액상과 고상 사이에서 가역적으로 상 변화가 일어나는 것인 탄소 에어로겔 전구체.

청구항 13

제 11 항에 있어서,

상기 탄소 에어로겔 전구체는 직경 0.8 nm 이상, 길이 100 nm 이상의 탄소 재료를 포함하는 것인 탄소 에어로겔 전구체.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법 및 이에 의하여 제조된 탄소 에어로겔 전구체에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 직경 및 길이 등의 물성이 조절되지 않은 탄소 재료를 이용하면서도 탄화율이 낮고 상변환이 가능한 바인더를 사용하여 우수한 비표면적 및 물성을 나타내는 탄소 에어로겔로 변환될 수 있는 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법 및 이에 의하여 제조된 탄소 에어로겔 전구체에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] 에어로겔은 스티븐 키슬러(Steven Kistler)이 1931년 최초로 만들었으며, 젤리에서 수축을 유발시키지 않으면서 액체를 기체로 치환함으로써 얻어냈다. 최초로 만들어진 것은 실리카겔이었다. 에어로겔은 다양한 물질로 만들 수 있으며, 키슬러는 실리카, 알루미늄, 크로뮴, 주석 등을 사용하였다.

[0004] 탄소 에어로겔은 1900년대 초 처음으로 개발되었다. 탄소 에어로겔은 주로 메조기공을 갖는 다공성 물질로서, 슈퍼커패시터용 전극 또는 축전식탈염기술(CDI)용 수처리 전극 등으로 사용되는 물질이다.

[0005] 이러한 탄소 에어로겔을 제조하기 위해서 먼저 유기 전구체를 사용하여 유기에어로겔을 제조한 후, 유기 에어로겔을 열처리(탄화)하여 탄소 에어로겔을 합성하는 것이 일반적이다. 유기 에어로겔은 종래의 실리카 에어로겔, 산화물 에어로겔에 비해 기계적으로 유연하고, 외부 가해진 힘에 대하여 비탄성(Viscoelasticity) 특성을 가지기 때문에 제품 취급이 용이하다는 큰 이점이 있다.

[0006] 유기 에어로겔로부터 합성된 탄소 에어로겔은 유기 에어로겔의 기계적 물성의 이점과 더불어 탄소 물질에서 나오는 독특한 특성, 우수한 전기 전도도와 높은 비표면적을 가지는 기공 구조의 발달로 인하여 전극으로 응용될 수 있다. 탄소 에어로겔 전극은 내부에 발달 된 기공이 메조크기 영역(2~50 nm)으로 활성탄 전극보다 큰 기공 구조를 유지하므로 대상물질의 접근성(accessibility)을 용이하게 하여 활성탄에 비해 작은 비표면적에도 불구하고 매우 우수한 전극 성능을 나타낼 수 있다.

[0007] 그러나, 현재까지 개발된 탄소 에어로겔은 탄소 재료의 길이와 직경이 미세하게 조절되어야만 에어로겔로 제조될 수 있어 제조 비용이 높고 상용화가 어려운 실정이었다. 또한, 종래 이와 같이 유기 에어로겔로부터 합성된 탄소 에어로겔은 전도성이 약하고 에어로겔에 의한 기공 특성이 잘 관측되지 않는 문제점이 있으며, 더욱이 전극 소재로 활용되기 위해서는 큰 비표면적, 물질 자체의 낮은 내부 저항, 그리고 탄소 소재의 고밀도 등의 특성이 만족되어야 한다.

[0008] 이에 본 발명자들은 상기 탄소에어로겔의 요구되는 특성을 만족시키면서도 액상과 고상으로의 가역적인 상 변환이 가능하여, 가공성, 운반성 및 작업성이 용이한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법 및 이에 의하여 제조된 탄소 에어로겔 전구체를 제시함으로써, 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 본 발명은 상기와 같은 종래 기술의 문제점을 해결하기 위하여 직경 및 길이등의 물성이 조절되지 않은 탄소 재료를 이용하여 액상과 고상으로의 상 변환이 가능하여 전도성이 높으면서도 기공 특성을 충분히 나타낼 수 있는 새로운 탄소 에어로겔을 다양한 형태로 우수한 작업성으로 제조할 수 있는 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0011] 본 발명은 또한, 본 발명의 제조 방법에 의하여 제조된 탄소 에어로겔 전구체를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0013] 본 발명은 상기와 같은 과제를 해결하기 위하여

[0014] 용매에 탄소 재료 및 분산제를 혼합하여 탄소재료 분산액을 만드는 단계;

[0015] 상기 탄소재료 분산액의 농도를 조절하는 단계;

[0016] 상기 탄소재료 분산액에 바인더를 혼합하여 혼합액을 제공하는 단계; 및

[0017] 상기 혼합액을 분산시켜 겔 상변화된 혼합액을 수득하는 단계; 를 포함하는 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법을 제공한다.

[0018] 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법은 상기 겔 상변화된 혼합액을 에탄올에 침지시켜서 상기 분산제를 제거하는 단계; 를 더 포함하는 것이 가능하다.

[0019] 본 발명에 의한 탄소 에어로겔의 제조 방법에 있어서, 상기 탄소재료는 당업자에게 알려진 탄소재료라면 제한없이 사용하는 것이 가능하며, 구체적으로는 탄소나노튜브, 그래핀, 산화그래핀, 및 탄소섬유로 이루어진 그룹에서 선택되며, 이중 탄소나노튜브를 사용하는 것이 바람직하다. 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법은 물성이 조절되지 않은 조악한 탄소 재료를 사용하더라도 높은 비표면적인 기공도를 나타내는 탄소 에어로겔을 제조할 수 있다는 것을 기술적 특징으로 한다.

[0020] 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법에 있어서, 상기 탄소재료는 직경 0.8 nm 이상, 길이 100 nm 이상인 것을 특징으로 한다. 종래 일반적으로 에어로겔 제조를 위해서는 탄소 재료간 반데르발스힘이 잘 작용되는 특정 길이 및 지름 범위 내에서 조절해야만 원하는 물성의 에어로겔을 제조할 수 있었다. 그러나, 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법은 길이 및 직경이 조절되지 않은 탄소재료를 사용하지 않더라도 고품질의 탄소 에어로겔로 변환되는 탄소 에어로겔 전구체를 제조할 수 있다.

[0021] 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법에 있어서, 용매에 탄소 재료 및 분산제를 혼합하여 제조되는 탄소재료 분산액에 포함된 탄소재료의 농도는 0.001 내지 30 중량%인 것을 특징으로 한다.

[0022] 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법에 있어서, 상기 탄소재료 분산액의 농도를 조절하는 단계에서는 원심분리하여 상등액을 분리 제거하거나, 용매를 증발시키는 것을 특징으로 한다. 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법에 있어서, 최초 혼합시에는 상기 탄소재료를 용매에 잘 분산시키기 위하여 농도를 낮게 하지만, 이후 용매를 증발시켜서 농도를 높여 이후 겔화가 잘 이루어지도록 조절한다. 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법은 탄소재료 분산액의 농도 조절을 통하여 탄소나노 물질 간 연속적인 네트워크 구조를 형성함으로써 이후 탄소 에어로겔 변환시 제조되는 탄소 에어로겔 전구체의 기계적, 전기적 물성의 확보가 가능하다. 즉, 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법에 있어서, 전구체 상태에서의 상변화의 임계 온도는 혼합액의 탄소 재료의 농도에 따라 조절할 수 있다.

[0023] 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법에 있어서, 상기 용매는 물 또는 유기용매가 될 수 있으며,

상기 유기용매는 메틸알콜(MeOH), 에틸알콜(EtOH), 프로필 알콜(PA), 아이소프로필 알콜(IPA), 부탄올(BA), 에틸렌 글라이콜 (EG), 1,2-디클로로벤젠, 디메틸포름아마이드(DMF), 디메틸아세트아미드(DMAc), 메틸에틸케톤(MEK), 메틸아이소부틸케톤(MIBK), 부틸셀로솔브(BC), 부틸셀로솔브아세테이트(BCA), n-메틸-2-피로리돈(NMP), 에틸아세테이트(EA), 부틸아세테이트(BA), 아세톤(Acetone), 사이클로헥사논(cyclohexanone) 또는 톨루엔인 것을 특징으로 한다.

[0024] 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법에 있어서, 상기 분산제는 음이온성, 양이온성 또는 비이온성 분산제이고, 상기 음이온성 분산제는 Alkyl sulfate 계통인 SDS (Sodium dodecyl sulfate), LDS (Lithium dodecyl sulfate), NaDDS (Sodium dodecylbenzene sulfonate), SDSA (Sodium dodecyl sulfonate) 또는 SDBS (Sodium dodecylbenzenesulfonate) 로 이루어진 그룹에서 선택되고,

[0025] 상기 양이온성 분산제는 CTAC (Cetyltrimethyl ammonium chloride), CTAB (Cetyltrimethyl ammonium bromide) 또는 DTAB (Dodecyl-trimethyl ammonium bromide) 로 이루어진 그룹에서 선택되고,

[0026] 상기 비이온성 분산제는 glycerol monostearate, sorbitan monooleate, Tween 80, PVA (Polyvinyl alcohol), PMA (Polymethyl acrylate), MC (Methyl cellulose), CMC (Carboxyl methyl cellulose), GA (Gum Arabic), Polysaccharide (Dextrin), PEI (Polyethylenimine), PVP (Polyvinylpyrrolidone) 또는 PEO (Polyethylene oxide), Poly(ethylene oxide)-Poly(butylene oxide) 삼원공중합체로 이루어진 그룹에서 선택되는 것을 특징으로 한다.

[0027] 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법에 있어서, 상기 탄소재료 분산액의 농도를 조절하는 단계에서는 탄소재료 분산액의 농도를 0.001 내지 30 중량%로 조절하는 것을 특징으로 한다. 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법에 있어서, 상기 탄소재료 분산액의 농도 조절을 통하여 액상과 고상의 중간 상태의 젤 상으로 상변환될 수 있으며, 탄소나노 물질 간 연속적인 네트워크 구조를 형성함으로써 최종적으로 제조된 탄소 에어로겔 전구체의 기계적, 전기적 물성의 확보가 가능하다.

[0028] 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법에 있어서, 상기 바인더는 온도에 따라 고상에서 액상으로의 상변이가 일어나는 물질이라면 제한되지 않고 자유롭게 사용될 수 있다. 본 발명에 의한 탄소 에어로겔의 제조 방법에 있어서, 상기 바인더는 젤라틴, 셀룰로오스 또는 키토산인 것을 특징으로 한다. 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법에 있어서, 상기 바인더는 구체적으로 젤라틴, 키토산 또는 메틸셀룰로스, 에틸셀룰로스, 에틸메틸셀룰로스, 하이드록시에틸셀룰로스, 하이드록시프로필셀룰로스, 메틸하이드록시에틸셀룰로스, 에틸하이드록시에틸셀룰로스, 하이드록시프로필메틸셀룰로스, 카복시메틸셀룰로스, 및 이의 혼합물로 구성된 군으로부터 선택되는 셀룰로오스를 사용하는 것이 바람직하다. UCST(upper critical solution temperature) 거동을 나타내는 고분자도 제한되지 않고 자유롭게 사용될 수 있다.

[0029] 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법에 있어서, 상기 탄소재료 분산액 전체 100 중량부당 상기 바인더는 50 내지 300 중량부의 비율로 혼합하는 것을 특징으로 한다. 본 발명에 의한 탄소 에어로겔의 제조 방법에 있어서, 바인더가 50 중량부 미만으로 혼합되는 경우 상변화가 자유롭게 일어나지 않으며, 300 중량부 이상인 경우 탄소 에어로겔 형성에 추가적인 영향을 미치지 못한다.

[0030] 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법에 있어서, 바인더로서 젤라틴을 사용하는 경우 먼저, 젤라틴을 용매에 용해시켜 젤라틴 용액을 제조한다. 젤라틴을 용매에 용해시켜 혼합용액을 제조하기 위한 단계이다. 상기 용매는 구체적으로 물이 될 수 있다. 구체적으로, 상기 젤라틴을 용매에 용해시켜 젤라틴 용액을 제조하는 단계 내에서, 젤라틴을 물에 첨가되고 상온에서 약 30 분 내지 1시간동안 불리는 전처리가 수행될 수 있다.

[0031] 젤라틴 용액을 제조하는 단계 이후에, 효과적인 젤라틴이 용매의 혼합이 이루어지도록 일정시간 동안 교반이 추가적으로 수행될 수 있다. 예를 들어, 상온에서 약 2 내지 4 시간동안 교반을 수행하여 효과적으로 혼합할 수 있다.

[0032] 상기 젤라틴을 용매에 용해시켜 젤라틴 용액을 제조하는 단계에서 상기 젤라틴 용액 내 젤라틴의 함량은 20 내지 50 중량%일 수 있다. 더욱 구체적으로 30 내지 35 중량%일 수 있다. 상기 젤라틴 함량이 상기 범위내에서, 탄소 재료 및 분산제의 혼합 용액의 첨가 및 분산이 용이할 수 있는 점도와 물성을 가질수 있으며, 이후 생성되는 탄소 에어로겔에서의 젤라틴으로부터 유래한 도핑되는 질소의 양을 적절한 수준으로 제어할 수 있다.

[0033] 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법에 있어서, 상기 탄소재료 및 바인더를 혼합한 혼합액을 분산시켜 젤 변화된 형태로 수득하는 단계에서는 초음파를 인가하면서 교반하여 분산시키는 것이 가능하다.

[0034] 본 발명은 또한, 본 발명의 제조 방법에 의하여 제조된 탄소 에어로겔 전구체를 제공한다. 본 발명에 의한 제조 방법에 의하여 제조되는 탄소 에어로겔 전구체는 탄소 구조체 사이에 용매가 분산되고, 열처리 탄화에 의해 탄소 에어로겔로 변화될 수 있는 상태를 의미한다. 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체는 0.8 nm 이상, 길이 100 nm 이상의 탄소 재료를 포함하는 것을 특징으로 한다. 바람직하게는 직경 0.7 nm 이상, 길이 100 nm 이상의 탄소 재료를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0035] 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체는 온도에 따라 액상에서 겔 변환을 거쳐 고상으로 가역적으로 상변화가 일어나는 것을 특징으로 한다. 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체는 바인더로서 첨가되는 젤라틴의 상 변화에 따라 액상에서 고상으로의 상 변화가 가역적으로 변환하는 것을 특징으로 한다. 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체는 이와 같이 액상과 고상으로 상변환이 가능함에 따라 액상에서 스프레이 등의 방식으로 원하는 방식으로 성형후에 온도를 낮춰 겔화시키고, 이후 다시 열처리 하여 원하는 형상으로 탄소 에어로겔을 제조할 수 있는 효과를 나타낸다.

[0036] 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법은 상기 겔 상으로 수득한 혼합액을 에탄올에 침지시켜서 상기 분산제를 제거하는 단계를 더 포함하는 것이 가능하다.

[0037] 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체는 성형틀 등을 이용하여 겔 상으로 수득한 혼합액을 원하는 모양으로 성형한 후, 성형된 형태로 에탄올에 침지시켜서 분산제를 제거하고, 이후 건조 공정, 및 탄화 공정을 수행하여 탄소 에어로겔로 제조하는 것이 가능하다. 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체는 첨가되는 바인더에 의해 액상과 고상으로 상변환이 가능할 뿐만 아니라, 분산 용매를 증발 등을 통해 농도를 조절함으로써 적절한 농도 및 점도를 나타내도록 조절할 수 있으며, 이에 따라 원하는 탄소 에어로겔의 형태에 따라 전구체를 다양하게 성형할 수 있는 효과를 나타낸다.

발명의 효과

[0039] 본 발명에 의한 탄소 에어로겔 전구체의 제조 방법은 탄소 재료와 온도에 따라 상변환이 가능한 바인더를 혼합함으로써, 길이와 직경이 조절되지 않은 탄소 재료를 사용하더라도 탄소 에어로겔을 제조할 수 있으며, 본 발명에 의하여 제조된 탄소 에어로겔 전구체는 첨가되는 바인더의 상 변화에 따라 액상과 고상으로의 변환이 가능하여 원하는 가공성, 운반성 및 탄소 에어로겔로의 성형성, 작업성이 매우 용이하다.

도면의 간단한 설명

[0041] 도 1 에 본 발명의 실시예에 의하여 제조된 겔화되어 뒤집어도 흐르지 않는 상태의 CNT- 젤라틴의 혼합액을 도시한다.

도 2 는 본 발명의 실시예에 의한 탄소 에어로겔 전구체를 제조하기 위하여 만들어진 원통형 형상의 몰드를 도시한다.

도 3은 본 발명의 실시예에 의하여 탄소 에어로겔 전구체를 에탄올에 침지하여 분산제가 제거되는 과정을 도시한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0042] 이하에서는 본 발명을 실시예에 의하여 더욱 상세히 설명한다. 그러나 본 발명이 이하의 실시예에 의하여 한정되는 것은 아니다.

[0044] **<제조예> CNT 분산액의 준비**

[0045] 분산매로 증류수를 사용하고, 분산제로 SDBS (Sodium dodecylbenzenesulfonate) 를 첨가한 후, 여기에 0.5 중량% 의 비율로 탄소나노튜브를 균일하게 분산시켰다.

[0046] 탄소나노튜브와 용매의 혼합 용액에 초음파를 인가하여 2시간 동안 분산시킨 후, 원심분리하여 상등액을 분리하였다.

[0047] 분리된 상등액에서 용매를 증발시켜서 탄소나노튜브 분산액의 농도를 1.0 중량%로 조절하여 탄소나노튜브 분산액을 제조하였다.

[0049] **<실시예> 탄소에어로겔 전구체의 제조**

[0050] **실시예 1 - 젤라틴 용액의 준비**

[0051] 증류수 1 ml에 젤라틴 3 mg을 혼합한 후, 약 50 ℃에서 젤라틴이 물에 완전히 용해될 때까지 교반하여 젤라틴 용액을 준비하였다.

[0053] **실시예 2 - CNT-젤라틴 혼합액의 제조 및 겔화**

[0054] 상기 제조예에서 준비된 CNT 분산액에 상기 실시예 1에서 제조된 젤라틴 용액을 혼합하였고, 이 때 CNT 분산액과 젤라틴 용액의 혼합 비율은 하기 표 1과 같이 하였다.

표 1

[0055]

	CNT 분산액 : 젤라틴 용액
실시예 1	1:2
실시예 2	1:1
실시예 3	2:1

[0057] 이후, 상기 혼합 용액에 초음파를 인가하면서 균일하게 분산시키고, 실온, 3 ℃, 60 ℃ 의 온도에서 1시간 동안 방치하여 CNT-젤라틴 혼합액을 겔화시킴으로써, 젤리 형태의 겔화된 CNT-젤라틴 혼합액을 수득하였다.

[0059] **<실험예> CNT-젤라틴 혼합액의 상 변화 분석**

[0060] 상기 일 실시예에서 얻은 탄소 에어로겔 전구체를 실온, 3 ℃, 60 ℃ 의 온도에서 1시간 동안 방치하여 온도에 따라 나타나는 상 변화를 분석하였고, 그 결과를 도 1에 도시하였다.

[0061] 도 1에서 보는 바와 같이, 상기 CNT 분산액에 젤라틴을 혼합하여 수득한 탄소 에어로겔 전구체는 상대적으로 온도가 낮아지면 겔화되고, 온도가 높아지면 액상으로 변환하는 것을 알 수 있다.

[0062] CNT 혼합 비율이 낮은 경우 온도를 높이면 열에 의해 액상으로 변화되고, 온도를 낮추면 겔화 정도가 높게 나타났으며, 반면에 CNT의 혼합 비율이 높은 경우 온도를 낮춰도 겔화 정도가 낮은 것을 확인할 수 있다.

[0063] 또한, CNT와 젤라틴의 혼합 비율이 1:1 인 sample 2 의 경우, 온도가 낮으면 완전히 겔화되고, 온도가 높아지면 액상으로 변환되는 것을 알 수 있다.

[0065] **실시예 3 - 분산제 제거**

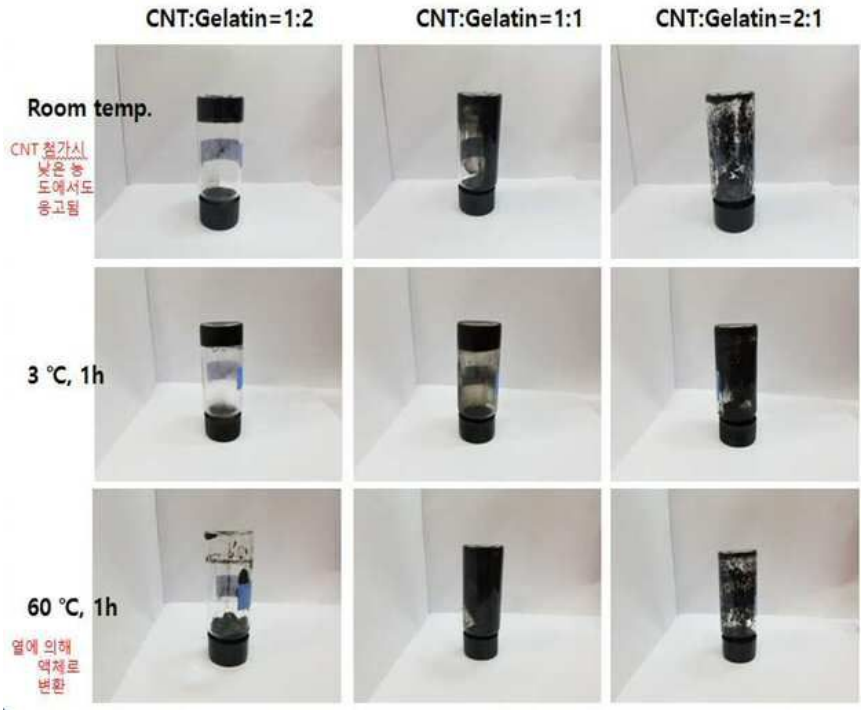
[0066] 상기 일 실시예에서 수득한 겔화된 CNT-젤라틴 혼합액의 온도를 200 ℃로 높여 액상으로 만든 후, 도 2에 도시한 원통형의 몰드에 넣어 원통형 형상을 만들었다.

[0067] 10, 20, 40, 80, 100% 농도의 에탄올 용액을 제조하고, 상기 겔화된 CNT-젤라틴 혼합액을 상기 에탄올 용액 중 농도가 낮은 것부터 높은 것까지 3시간에 한번씩 교체하면서 순차적으로 침지하였다. 이와 같이 하여, 상기 제조예에서 탄소재료 분산액을 사용하기 위해 분산제로 사용된 SDBS를 제거하여 최종적으로 탄소 에어로겔 전구체를 수득하였다.

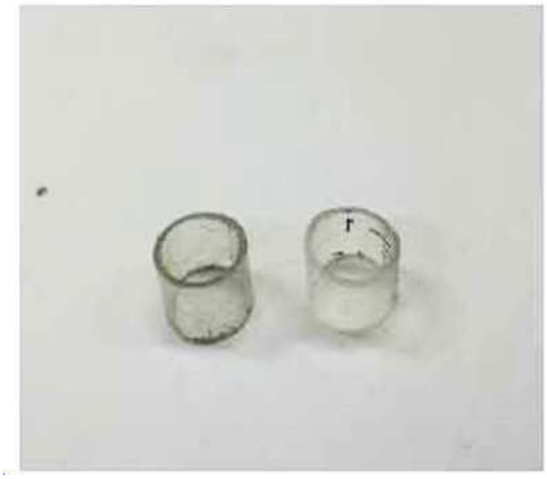
[0068] 에탄올에 침지하여 분산제가 제거되는 과정을 도 3에 도시하였다.

도면

도면1


CNT:Gelatin=1:2
CNT:Gelatin=1:1
CNT:Gelatin=2:1
Room temp.
CNT 첨가시 낮은 농도에서도 응고됨
3 ℃, 1h
60 ℃, 1h
열에 의해 액체로 변환

도면2



도면3

