

메카노케미컬 처리를 이용한 탄소나노소재 합성 및 수소저장특성
(Preparation of Carbon Nanomaterials by Mechanochemical Treatment
and their Hydrogen Storage Properties)

유형균, 류호진, 오성근*, Fumio Saito**, 이병일***

한국화학연구원 화학소재부
*한양대학교 화학공학과
**동북대학교(일본) 다원물질과학연구소
***유니셀주식회사

1. 서론

화학기상증착법에 의해 합성된 탄소나노소재는 다양한 형태가 존재하는데 이에 영향을 미치는 결정적 인자로서 탄소나노소재의 합성을 유도하는 전이금속 촉매의 특성이 고려된다. 화학기상증착법에 사용되는 촉매는 Al_2O_3 , SiO_2 또는 Graphite와 같은 담체 위에 전이금속촉매를 분산시키는 방법으로 제조되는데 담체에 전이금속을 얼마나 균일하게 분산시키느냐가 합성 생성물의 종류와 형태를 좌우한다. 본 연구에서는 담체에 전이금속 입자를 균일하는 분산시키는 방법으로 고에너지 믹서밀을 이용한 메카노케미컬 처리를 도입하였다. 메카노케미컬 처리는 입자 크기를 감소시키고 표면 활성에너지를 증가시켜 반응에 영향을 주는데 최근 제약이나 고기능성 촉매제조에 많이 이용되고 있다. 이러한 방법으로 제조된 촉매를 열화학 증착공정에 도입하여 탄소나노소재를 합성하고 기존의 촉매의 산물과 비교, 분석하였다. 또한 탄소나노소재의 수소저장특성을 시험하기 위해 전기화학적인 방법을 이용하여 산업적 응용 가능성을 타진하였다.

2. 실험 방법

본 연구에서 사용한 촉매전구체로서 질산철과 담체로서 수산화 알루미늄을 사용하였다. 질화철을 수산화 알루미늄이 분산된 에탄올 용액에 함침시키고 건조시켜 얻은 혼합물의 일부를 고에너지 믹서밀을 이용하여 시간 변화를 주면서 혼합 분쇄하였다. 혼합물의 나머지는 혼합분쇄한 촉매와 비교하기 위해 일부는 그대로 두고 일부는 공기 중에서 열처리하여 산화물 형태의 촉매를 형성하였다. 이 때 얻은 모든 혼합물은 탄소나노소재 합성을 위한 촉매로서 열화학기상증착공정에서 탄소공급원인 아세틸렌 기체의 분해에 의해 새로운 탄소생성물을 얻었다. 합성된 탄소나노소재의 수소저장 특성을 평가하기 위해 PTFE, Ni 분말, 탄소나노소재를 혼합하여 전극을 만들고 반전지를 구성하여, 정전류를 흘려주는 방법으로 상온, 상압에서 음극 충방전을 평가하였다.

본 연구에서 사용된 촉매와 합성된 탄소나노소재에 대해 XRD, FE-SEM, TEM 등의 측정을 통해 특성을 평가하였다.

3. 결과 및 고찰

- 1) FE-SEM과 TEM 관찰을 통하여 분쇄 과정을 거치지 않은 미분쇄 촉매에서의 생성물이 불균일한 탄소나노생성물 분포를 보인 반면에, 메카노케미컬 처리를 거친 분쇄 촉매에서의 생성물은 50 nm 전후의 균일한 탄소나노튜브로 확인되었다.
- 2) 합성된 탄소나노소재의 수소 저장 특성을 관찰하기 위해 반전지를 통한 음극 충방전 시험결과, 우수한 cycle durability를 가진 것으로 조사되었다.