



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2019년01월02일  
 (11) 등록번호 10-1934177  
 (24) 등록일자 2018년12월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
 B09B 3/00 (2006.01) B30B 9/28 (2006.01)  
 (52) CPC특허분류  
 B09B 3/0083 (2013.01)  
 B30B 9/28 (2013.01)  
 (21) 출원번호 10-2017-0009684  
 (22) 출원일자 2017년01월20일  
 심사청구일자 2017년01월20일  
 (65) 공개번호 10-2018-0086332  
 (43) 공개일자 2018년07월31일  
 (56) 선행기술조사문헌  
 JP2001287905 A\*  
 KR101479248 B1\*  
 KR1020150003579 A\*  
 JP2012526892 A\*  
 \*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자  
 한국기술교육대학교 산학협력단  
 충청남도 천안시 동남구 병천면 충절로 1600 (한국기술교육대학교내)  
 (72) 발명자  
 최순목  
 충청남도 천안시 동남구 중앙로 255-42 (신부동)  
 김병근  
 서울 금천구 범안로 12길 29-14 태성펠리스 704호  
 손근식  
 충남 천안시 다가말 2길 34-5 신성아파트 4동402호  
 (74) 대리인  
 특허법인오암

전체 청구항 수 : 총 3 항

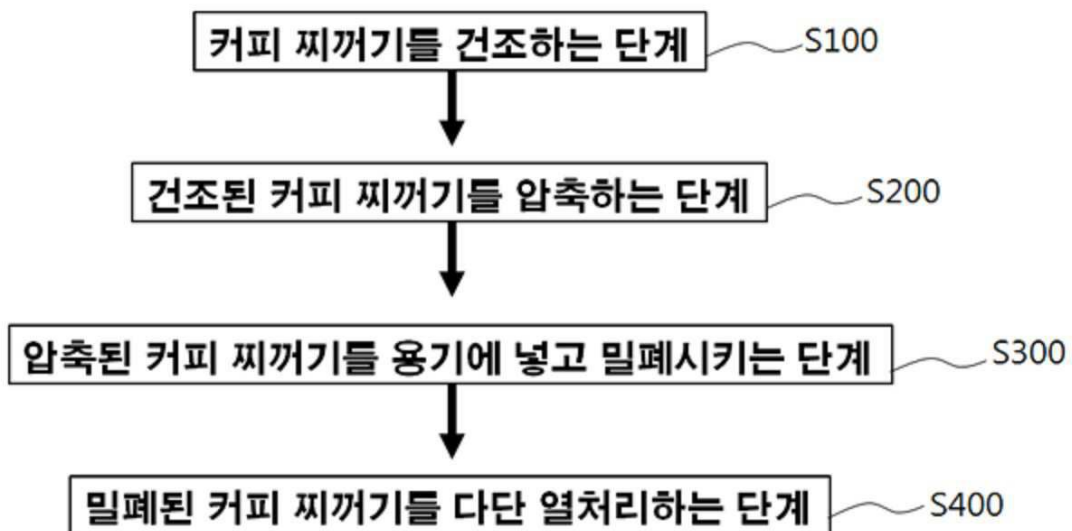
심사관 : 김종진

(54) 발명의 명칭 **바이오 매스를 이용한 다기능 카본 나노구조체 제조방법 및 이를 이용한 카본 나노구조체**

**(57) 요약**

본 발명에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법은 바이오 매스를 건조하는 단계; 건조된 바이오 매스를 압축 성형하여 성형물을 제조하는 단계; 및 상기 성형물을 밀폐된 용기 내에서 다단 열처리하는 단계를 포함한다.

**대표도** - 도1



**명세서**

**청구범위**

**청구항 1**

커피 찌꺼기를 건조하는 단계;

건조된 커피 찌꺼기를 압축 성형하여 성형물을 제조하는 단계;

상기 성형물을 진공 분위기에서 적어도 일면이 개방된 용기에 넣고 밀폐시키는 단계; 및

상기 성형물을 밀폐된 용기 내에서 다단 열처리하는 단계를 포함하며,

상기 다단 열처리는, i) 상기 성형물을 열처리하여 유기물 또는 수분을 분해하는 단계; 및

ii) 800 내지 1200 °C에서 100 시간 이하(0 미포함)로 열처리하여 결정화된 3차원 다공성 카본 나노구조체를 수득하는 단계를 포함하되,

상기 다단 열처리 시, 상기 ii) 단계를 반복 수행하고, 각각의 열처리 사이에 진공 분위기에서 용기를 교체하여 상기 성형물의 아웃개싱을 제거하는 단계를 포함함으로써,

결정성이 우수한 그래핀 결정 구조의 3차원 다공성 카본 나노구조체를 제조하는 것을 특징으로 하는, 커피 찌꺼기를 이용한 그래핀 결정 구조의 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법.

**청구항 2**

삭제

**청구항 3**

삭제

**청구항 4**

제 1항에 있어서,

상기 i) 단계는

300 내지 700 °C에서 10 시간 이하(0 미포함)로 수행되는 것을 특징으로 하는, 커피 찌꺼기를 이용한 그래핀 결정 구조의 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법.

**청구항 5**

삭제

**청구항 6**

삭제

**청구항 7**

삭제

**청구항 8**

제 1항에 있어서,

상기 밀폐된 용기의 압력은  $9 \times 10^{-1}$  내지  $1 \times 10^{-3}$  Torr 인 것을 특징으로 하는, 커피 찌꺼기를 이용한 그래핀 결

정 구조의 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법.

**청구항 9**

삭제

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법 및 이를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0003] 전 세계적으로 생산되는 에너지 대부분은 화석연료에 의해 공급되고 있다. 그러나 화석연료의 고갈 문제로 인해 에너지난과 에너지 가격 상승의 원인이 되며, 화석연료의 사용이 환경에 치명적인 영향을 끼친다는 인식이 증가하고 있어 이를 대체할 수 있는 신재생 에너지원에 대한 관심이 집중되고 있다. 신재생 에너지원 가운데 바이오 에너지는 지구에 존재하는 동식물의 바이오매스를 열화학적 또는 생물학적 전환에 의해 에너지로 전환하여 수송용 연료뿐만 아니라 산업원료로 활용할 수 있다. 또한 바이오에너지는 기존 화석연료처럼 고갈 염려가 없고, 화석연료 사용 시 문제가 되는 온실가스의 감축 효과가 있다.

[0004] 바이오 매스란 생물자원(bio)의 양(mass)을 말하는 개념으로, 에너지 자원 및 원료로 이용할 수 있는 생물기원의 유기물을 의미한다. 바이오 매스는 태양에너지를 이용하는 광합성에 의하여 무기물인 물과 이산화탄소로부터 생성되는 '재생 가능'한 유기물 자원이다. 또한 바이오 매스를 연소할 때 방출되는 이산화탄소는 생물의 성장 과정에서 광합성에 의해 대기 중 흡수되는 이산화탄소와 동일한 것이기 때문에 바이오 매스는 생명주기 속에서 대기 중의 이산화탄소 농도를 증가시키지 않는 '탄소 중립적(carbon neutral)' 특성을 갖는다.

[0005] 기존의 화석자원 유래의 에너지나 제품을 바이오 매스로 대체하여 사용하면, 지구온난화를 유발하는 온실가스(이산화탄소) 배출량을 크게 감축할 수 있고, 또한 황 함량이 낮으므로 고유황 석탄과 혼소하는 경우 SO<sub>2</sub> 발생을 감소하는 효과를 얻을 수 있다. 바이오 매스는 역청탄보다 경제적이며, 급격한 경제 발전 때문에 화석연료의 소비량과 함께 지속해서 증가하는 추세이다.

[0006] 바이오 매스의 종류로는 나무 등에서 얻을 수 있는 목질계 바이오 매스, 사탕수수, 과일 폐액 등으로부터 얻어지는 당질계 바이오 매스, 고구마 등으로부터 얻어지는 전분질계 바이오 매스, 광합성 세균의 바이오 매스, 음식물 등과 같은 생활 폐기물로부터 얻어지는 바이오 매스 등으로 분류될 수 있다.

[0007] 한편, 셀룰로스를 주성분으로 함유한 커피는 단백질을 비롯한 여러 가지 물질로 이루어져 있으며, 그에 따라 탄소 및 산소뿐만 아니라 질소 및 황과 같은 다른 유기성분들을 포함하고 있는 풍부한 천연고분자 물질로 이루어진 재료이다. 커피는 해마다 세계적으로 약 895만 톤(2014년 기준)이 생산되는 중요한 농산물로써 생산된 대부분의 커피는 음료 제조사를 거쳐 추출되고 나면 나머지는 커피 찌꺼기로 버려지고 있다.

[0008] 이처럼, 커피 찌꺼기를 재활용하는 노력은 한국공개특허 제10-2010-0035032호에 개시되어 있으며, 그 방법의 하나로써 원료가 되는 커피추출물 찌꺼기를 다단계 열처리 및 고분자화 단계를 통하여 폴리유산 섬유를 제조한다. 이렇게 제조된 섬유화된 탄소 소재는 나노미터 크기에서 기인하는 빠른 이온 및 전자 전달과 우수한 기계적 특성으로 인해 다양한 분야로의 응용 가능성이 있다.

[0009] 예컨대, 이러한 탄소 소재는 부피 대비 표면적이 매우 넓으므로 표면에서의 에너지 저장 특성이 극대화되며, 이는 높은 출력과 수명 특성으로 연결될 수 있다. 또한, 의식커패시터 거동으로부터 높은 출력특성과 함께 저장되는 에너지의 양 또한 극대화될 수 있다. 따라서, 더욱 향상된 기능성을 갖춘 나노 구조화 된 탄소 소재를 제조하는 일은 매우 중요하게 다루어지고 있으며 많은 연구자에 의해 진보된 소재들과 방법이 보고되고 있다.

[0010] 이러한 나노 구조화 된 탄소 소재를 제조함에 있어서 종래에 사용되는 방법들은, 전구체 물질과 template를 이용하여 여러 단계 공정을 거쳐서 제조되거나, CVD 및 특수한 장비를 통해 합성되거나, 복잡한 산화 과정을 통해 강한 산에 의해 박리되거나 하는 등, 비용 및 공정 측면에 있어서 산업적으로 응용하기에 매우 어렵거나 경제성이 부족한 특징이 있었다.

[0011] 이러한 문제점을 해결하기 위해서는 환경친화적이고 재활용 가능한 전구체 물질(바이오 매스)을 이용하여 극히 간소화된 공정을 통해 나노구조의 탄소 소재를 제조될 수 있어야 하며, 또한 궁극적으로는 뛰어난 구조적, 기능적 특성을 가지는 나노구조의 탄소 소재를 제조할 수 있어야 한다.

**선행기술문헌**

**특허문헌**

[0013] (특허문헌 0001) 한국공개특허 제10-2010-0035032호

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0014] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위해 안출한 것으로, 기존의 방법보다 간소화된 공정을 가지며, 적은 에너지와 자원이 들도록 경제성 있게 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법을 제공함에 있다.

[0015] 또한 본 발명은 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법을 이용한 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체를 제공함에 있다.

[0016] 한편, 본 발명의 명시되지 않은 또 다른 목적들은 하기의 상세한 설명 및 그 효과로부터 용이하게 추론할 수 있는 범위 내에서 추가적으로 고려될 것이다.

**과제의 해결 수단**

[0018] 이와 같은 목적을 달성하기 위하여, 본 발명의 일 실시예에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법은, 커피 찌꺼기를 건조하는 단계; 건조된 커피 찌꺼기를 압축 성형하여 성형물을 제조하는 단계; 상기 성형물을 진공 분위기에서 적어도 일면이 개방된 용기에 넣고 밀폐시키는 단계; 및 상기 성형물을 밀폐된 용기 내에서 다단 열처리하는 단계를 포함하며,

상기 다단 열처리하는, i) 상기 성형물을 열처리하여 유기물 또는 수분을 분해하는 단계; 및 ii) 800 내지 1200 °C에서 100 시간 이하(0 미포함)로 열처리하여 결정화된 3차원 다공성 카본 나노구조체를 수득하는 단계를 포함하되,

상기 다단 열처리 시, 상기 ii) 단계를 반복 수행하고, 각각의 열처리 사이에 진공 분위기에서 용기를 교체하여 상기 성형물의 아웃개싱을 제거하는 단계를 포함함으로써,

결정성이 우수한 그래핀 결정 구조의 3차원 다공성 카본 나노구조체를 제조하는 것을 특징으로 하는, 커피 찌꺼기를 이용한 그래핀 결정 구조의 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법을 포함한다.

[0019] 삭제

[0020] 삭제

[0021] 본 발명의 일 실시예에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법에 있어, 상기 i) 단계는 300 내지 700 °C에서 10 시간 이하(0 미포함)로 수행될 수 있다.

[0022] 삭제

[0023] 삭제

[0024] 삭제

[0025] 본 발명의 일 실시예에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법에 있어, 상기 밀폐된 용기의 압력은  $9 \times 10^{-1}$  내지  $1 \times 10^{-3}$  Torr 일 수 있다.

[0026] 삭제

**발명의 효과**

[0028] 본 발명에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법은 아대기의 밀폐된 용기 내에서 다단 열처리를 수행하므로, 최종 3차원 다공성 카본 나노구조체의 회수율이 상승하며, 동시에 그 결정성 또한 우수하다.

[0029] 또한, 본 발명에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법은, 다단 열처리 시 알칼리 활성화제와 같은 촉매 등이 요구되지 않으므로 공정이 간소화될 수 있으며, 자연 그대로의 원료를 사용하므로 친환경 제품을 제공할 수 있다.

[0030] 또한, 본 발명에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법은, 커피 산업에서 다량 폐기물로 생성된 커피찌꺼기를 쉽게 경제적으로 재활용하는 방법이므로 친환경적인 효과가 있다.

[0031] 또한, 본 발명의 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법에 따라 제조된 3차원 다공성 카본 나노구조체는 열전소자, 배터리, 바이오 소재, 나노 다이아몬드 등에 활용될 수 있다.

[0032] 한편, 여기에서 명시적으로 언급되지 않은 효과라 하더라도, 본 발명의 기술적 특징에 의해 기대되는 이하의 명세서에서 기재된 효과 및 그 잠정적인 효과는 본 발명의 명세서에 기재된 것과 같이 취급됨을 첨언한다.

**도면의 간단한 설명**

[0034] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법의 공정 순서도이다.

도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 다단 열처리 시, 커피 찌꺼기로부터 3차원 다공성 카본 나노구조체가 제조되는 원리를 도시한 모식도이다.

도 3은 본 발명의 실시예 1에 따른 3차원 다공성 카본 나노구조체의 SEM 사진이다.

도 4는 본 발명의 실시예 1에 따른 3차원 다공성 카본 나노구조체의 TEM 사진이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0035] 이하 본 발명에 관하여 상세히 설명한다. 다음에 소개되는 실시예 및 도면들은 당업자에게 본 발명의 사상이 충분히 전달될 수 있도록 하기 위해 예로서 제공되는 것이다. 또한, 본 발명의 사용되는 기술 용어 및 과학 용어에 있어서 다른 정의가 없다면, 이 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 통상적으로 이해하고 있는 의미를 가지며, 하기의 설명 및 첨부 도면에서 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있는 공지 기능 및 구성에 대한 설명은 생략한다.

[0037] 본 발명을 서술함에 있어, 용어 "바이오 매스"는 태양 에너지를 받는 식물, 미생물, 균체, 동물체 등의 생물 유기체를 의미하며, 바이오 매스 원료는 곡물, 감자류 등의 전분계 자원, 초본, 임목, 볏짚, 왕겨 등의 셀룰로오스계 자원, 사탕수수, 사탕무 등의 당질계 자원 등의 식물 유래 환경 순환형 자원과, 가축의 분뇨, 사체, 미생물 균체 등의 동물 유래 환경 순환형 자원뿐만 아니라, 이들 자원에서 파생되는 종이, 음식찌꺼기, 생활 폐기물 등의 각종 유기성 폐기물을 포함한다. 바이오 매스 원료는 재생이 가능하고, 화석 연료와 달리, 고갈되지 않으며, 연소를 통해 대기 중으로 방출되는 이산화탄소도 자연 상태에서 순환되므로, 환경친화적이다. 이와 같은 바이오 매스 원료에 생물학 또는 화학 기술을 접목하여, 바이오 매스 원료를 에너지 원이나 각종 합성소재의 재료로 활용할 수 있고, 종래의 석유화학 제품을 대체할 수도 있다.

[0038] 본 발명을 서술함에 있어, 용어 "다단 열처리"는 바이오 매스를 포함하는 원료를 단계적으로 열처리시키는 방법

을 의미할 수 있다. 일 예로, 상기 다단 열처리는 전단 열처리, 후단 열처리 등을 포함할 수 있으며, 후단 열처리의 온도는 전단 열처리의 온도와 같거나 높을 수 있다.

- [0040] 본 발명에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법은 바이오 매스로 된 원료를 아대기의 밀폐된 용기 내에서 다단 열처리하는 단계를 포함한다.
- [0041] 상세하게, 본 발명에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법은 바이오 매스를 건조하는 단계; 건조된 바이오 매스를 압축 성형하여 성형물을 제조하는 단계; 및 상기 성형물을 밀폐된 용기 내에서 다단 열처리하는 단계;를 포함한다.
- [0042] 본 발명의 일 실시예에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법에 있어, 상기 다단 열처리는 각각의 열처리 사이에 상기 바이오 매스가 포함된 성형물의 아웃개싱(outgassing)을 제거하는 단계를 수행할 수 있다.
- [0043] 본 발명의 일 실시예에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법에 있어, 상기 바이오 매스는 커피 찌꺼기일 수 있다.
- [0044] 본 발명의 일 실시예에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법에 있어, 상기 밀폐된 용기는 바이오 매스의 아웃개싱을 감안하여 상기 밀폐된 용기의 내부 용적 100 cc를 기준으로 상기 성형물을 약 15.0 g 이하(0 미포함)로 수용하는 것이 바람직하다.
- [0046] 이하, 도 1을 참조하여 커피 찌꺼기를 이용한 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법을 서술한다.
- [0047] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법의 공정 순서도이다. 도 1에 도시된 바와 같이, 본 발명의 일 실시예에 따른 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법은 커피 찌꺼기를 건조하는 단계(S100), 건조된 커피 찌꺼기를 압축하는 단계(S200), 압축된 커피 찌꺼기를 용기에 넣고 밀폐시키는 단계(S300), 및 밀폐된 커피 찌꺼기를 다단 열처리하는 단계(S400)을 포함할 수 있다.
- [0048] 상세하게, 상기 커피 찌꺼기를 건조하는 단계(S100)는 원료가 되는 커피추출물 찌꺼기를 세척하고 건조하는 전처리단계를 의미할 수 있다. 구체적이고 비한정적인 일 예로, 상기 커피 찌꺼기를 건조하는 단계(S100) 시 건조 온도는 세척한 커피추출물 찌꺼기를 50℃ 이상의 온도에서 1 내지 100 시간 동안 수행할 수 있다.
- [0049] 또한, 상기 건조된 커피 찌꺼기를 압축하는 단계(S200)는 상기 커피 찌꺼기를 건조하는 단계(S100)에서 건조된 커피 찌꺼기를 소정의 몰더에 놓고 압축하여 성형물을 제조하는 단계를 의미할 수 있다. 이때, 압축 압력은 1 내지 50 MPa 일 수 있으나, 본 발명이 반드시 이에 한정되지 않는다.
- [0050] 다음으로, 압축된 커피 찌꺼기를 용기에 넣고 밀폐시키는 단계(S300)는 상기 건조된 커피 찌꺼기를 압축하는 단계(S200)에서 압축된 커피 찌꺼기를 적어도 일면이 개방된 용기에 넣고 밀폐시키는 단계를 의미할 수 있다.
- [0051] 또한 본 발명의 일 구체예에 따른 상기 압축된 커피 찌꺼기를 용기에 넣고 밀폐시키는 단계(S300) 시, 아대기의 진공상태에서 상기 커피 찌꺼기를 용기에 넣고 밀폐된 용기를 제조할 수 있다. 이때, 상기 밀폐된 용기의 내부 압력은  $9 \times 10^{-1}$  내지  $1 \times 10^{-3}$  Torr 인 것이 바람직하다.
- [0052] 다음으로, 밀폐된 커피 찌꺼기를 다단 열처리하는 단계(S400)는 상기 압축된 커피 찌꺼기를 용기에 넣고 밀폐시키는 단계(S300)에서 압축된 커피 찌꺼기를 다단계로 열처리를 수행하는 단계를 의미할 수 있다.
- [0053] 이때, 상기 다단 열처리 사이에 상기 압축된 커피 찌꺼기에서 발생된 아웃개싱을 제거하는 단계를 수행하는 것이 본 발명의 목적 달성에 좋다. 일 예로, 상기 아웃개싱을 제거하는 방법은 진공 분위기에서 용기를 교체하는 방법을 이용할 수 있으나, 본 발명이 이에 한정되지 않는다.
- [0054] 본 발명의 일 실시예에 따른 상기 다단 열처리는 상기 커피 찌꺼기를 밀폐된 용기 내에서 300 내지 700 °C에서 10 시간 이하(0 미포함)로 열처리하여 유기물 또는 수분을 분해하는 단계와, 상기 유기물 또는 수분을 분해하는 온도 보다 높은 온도인 약 800 내지 1200 °C에서 100 시간 이하(0 미포함)로 열처리하여 결정화된 3차원 구조의 다공성 카본 나노구조체를 수득하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0055] 본 발명을 서술함에 있어, 용어 "나노구조체"는 나노미터 크기를 가지며, 0 차원, 1차원, 2차원, 및 3차원 구조체 중 적어도 하나 이상을 가지는 구조체를 의미할 수 있다. 본 발명의 바람직한 실시예에 있어서, 상기 나노구조체는 3차원 구조를 가지는 다공성 카본 나노구조체일 수 있다.

- [0056] 한편, 본 발명의 다른 일 실시예에 따른 상기 다단 열처리 시, 결정화된 3차원 구조의 다공성 카본 나노구조체를 수득하는 단계는 적어도 2회 이상 반복 수행하는 것이 본 발명에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 결정성 향상을 위해 바람직할 수 있다.
- [0057] 또한, 본 발명은 상기한 밀폐된 커피 찌꺼기를 다단 열처리하는 단계(S400) 이후에, 상기 3차원 다공성 카본 나노구조체에 포함된 부산물을 제거하는 단계를 더 수행할 수 있다. 이에 따라, 본 발명에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체는 기공 특성이 증대될 수 있다. 한편, 상기 부산물을 제거하는 단계는 이 분야에서 통상적으로 사용되는 화학적 공정을 통해 수행할 수 있으므로, 본 발명에서는 상기 화학적 공정을 크게 한정하지 않는다.
- [0059] 또한, 본 발명은 상술한 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법에 의해 형성된 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체를 포함한다.
- [0060] 본 발명의 일 구체예에 있어, 상기 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체는 열전 성능 향상을 위한 첨가제, 배터리 성능 향상을 위한 전극 소재, 인공뼈의 기계적 특성 향상을 위한 바이오 소재, 화장품, 가공 소재 등으로 이용이 가능할 수 있다.
- [0061] 이하 본 발명의 구체적인 설명을 위하여 하기의 실시예를 들어 상세하게 설명하겠으나, 본 발명이 다음 실시예에 한정되는 것은 아니다.
- [0063] 실시예 1
- [0064] 도 2를 참조하여, 본 발명의 실시예 1에 따른 바이오 매스를 이용한 3차원 다공성 카본 나노구조체의 제조방법을 설명한다. 도 2에 도시된 커피 찌꺼기 성형물(10)은 커피 찌꺼기를 100의 오븐에서 하루 동안 건조한 후, 건조한 커피 찌꺼기를 몰더에 넣고 15 MPa로 압축하여 0.04 g의 커피 찌꺼기 성형물(10)을 얻었다. 이때, 커피 찌꺼기는 커피 원두를 가정용 커피머신을 이용하여 원두 커피를 제조한 후 남겨진 커피 찌꺼기를 사용하였다.
- [0065] 다음으로, 상기 커피 찌꺼기 성형물(10)을 내부 용적 16 cc 인 퀴즈 튜브(100)에 넣고 진공 분위기에서 밀봉(sealing) 작업을 수행하였다. 밀봉된 퀴즈 튜브(100)의 내부 압력은  $4.5 \times 10^{-2}$  Torr 이었다.
- [0066] 마지막으로, 상기 커피 찌꺼기 성형물(10)을 수용하며 밀봉된 퀴즈 튜브(100)를 내부에 공기가 있는 박스로에 넣은 후 다단 열처리를 수행하였다. 상기 다단 열처리는 500 °C에서 30분 유지하는 1단계 열처리, 1000°C에서 30분 유지하는 2단계 열처리, 1000°C에서 3시간 유지하는 3단계 열처리, 및 1000°C에서 10시간 유지하는 4단계 열처리로 연속 수행하였고, 4단계 열처리 이후에 최종 3차원 다공성 카본 나노구조체가 제조되었다. 또한 상기 다단 열처리 시, 각 단계 열처리 사이에 아웃개싱(outgassing)을 수행하였다. 상기 아웃개싱은 각 단계의 열처리가 각각 종료되면, 박스를 상온으로 냉각한 후 상기 퀴즈 튜브(100)를 진공분위기에서 교체하였다. 이때, 상기 퀴즈 튜브(100)는 상술한 밀봉 작업과 동일하게 수행하였다.
- [0068] 비교예 1
- [0069] 커피 찌꺼기 성형물(10)을 적어도 일면이 개방된 퀴즈 튜브(101)에 넣고 밀봉 작업을 수행하지 않은 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였다.
- [0071] 비교예 2
- [0072] 커피 찌꺼기 성형물(10)을 적어도 일면이 개방된 퀴즈 튜브(101)에 넣고, 밀봉 작업을 수행하지 않은 상태에서, 일면이 개방된 퀴즈 튜브(101)를 불활성 가스의 주입이 가능한 전기로에 넣고 상기 다단 열처리를 수행한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였다. 비교예 2에 따른 불활성 가스로는 N<sub>2</sub> 가스이며, 주입량은 분당 200ml 이었다.
- [0074] 표 1에는 실시예 1, 비교예 1, 및 비교예 2에 따른 최종 3차원 다공성 카본 나노구조체의 회수율을 수록하였다. 회수율은 하기 식 1을 이용하여 계산하였다.
- [0075] [식 1]
- [0076] 회수율(%) = ((커피 찌꺼기 성형물(10)의 중량 - 다단 열처리 후 3차원 다공성 카본 나노구조체 중량)/ 커피 찌꺼기 성형물(10)의 중량) × 100

[0077] [표 1]

|        |       |       |       |
|--------|-------|-------|-------|
|        | 실시예 1 | 비교예 1 | 비교예 2 |
| 회수율(%) | 70    | 40    | 50    |

[0078]

[0079]

도 3은 상기 실시예 1에 따른 3차원 다공성 카본 나노구조체의 SEM 사진을 나타낸다. 상세하게, 도 3(a)는 상기 실시예 1의 1단계 열처리 후 SEM 사진이며, 도 3(b)는 상기 실시예 1의 2단계 열처리 후 SEM 사진이며, 도 3(c)는 상기 실시예 1의 3단계 열처리 후 SEM 사진이며, 도 3(d)는 상기 실시예 1의 4단계 열처리 후 SEM 사진이다.

[0080]

도 3에 보는 바와 같이, 상기 실시예 1의 다단 열처리를 수행하면 본 발명에 따른 3차원 다공성 카본 나노구조체가 형성되는 것을 확인하였다. 이때, 3차원 다공성 카본 나노구조체의 평균 기공크기는 약 10 내지 50 nm 인 것을 확인하였다.

[0081]

도 4는 상기 실시예 1에 따른 3차원 다공성 카본 나노구조체의 TEM 사진을 나타낸다. 상세하게, 도 4는 상기 실시예 1의 4단계 열처리 후 3차원 다공성 카본 나노구조체의 TEM 사진이다. 도 4에 보는 바와 같이, 본 발명에 따른 3차원 다공성 카본 나노구조체는 상기 실시예 1의 다단 열처리를 수행함으로써, 결정성이 우수한 그래핀 결정 구조의 3차원 다공성 카본 나노구조체를 제조할 수 있다.

[0082]

한편, 도 3 및 도 4에 도시된 인산칼슘(Calcium phosphate)은 음료제조사에 의해 사용되고 버려진 커피 찌꺼기에 함유된 성분이 상술한 다단 열처리를 통해 입성장되어 나타난 것으로 볼 수 있다.

[0084]

이상과 같이 본 발명에서는 특정된 사항들과 한정된 실시예 및 도면에 의해 설명되었으나 이는 본 발명의 보다 전반적인 이해를 돕기 위해서 제공된 것일 뿐, 본 발명은 상기의 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명이 속하는 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이러한 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다.

[0085]

따라서, 본 발명의 사상은 설명된 실시예에 국한되어 정해져서는 아니되며, 후술하는 특허청구범위뿐 아니라 이 특허청구범위와 균등하거나 등가적 변형이 있는 모든 것들은 본 발명 사상의 범주에 속한다고 할 것이다.

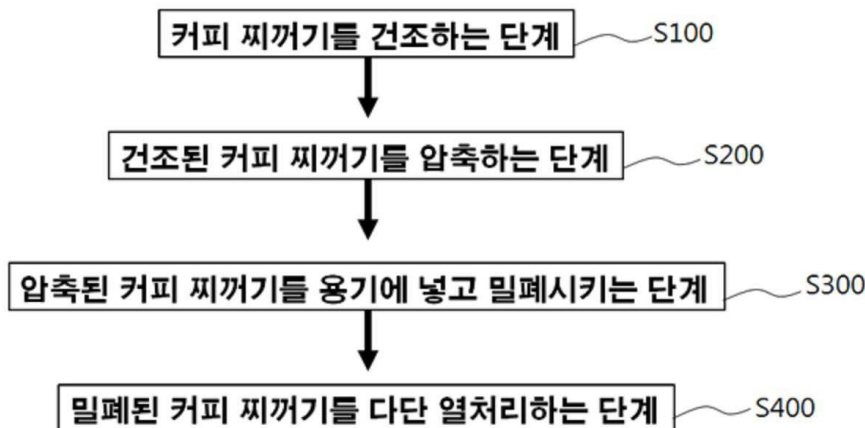
**부호의 설명**

[0087]

10: 커피 찌꺼기 성형물, 100: 퀴즈 튜브, 101: 개방된 퀴즈 튜브

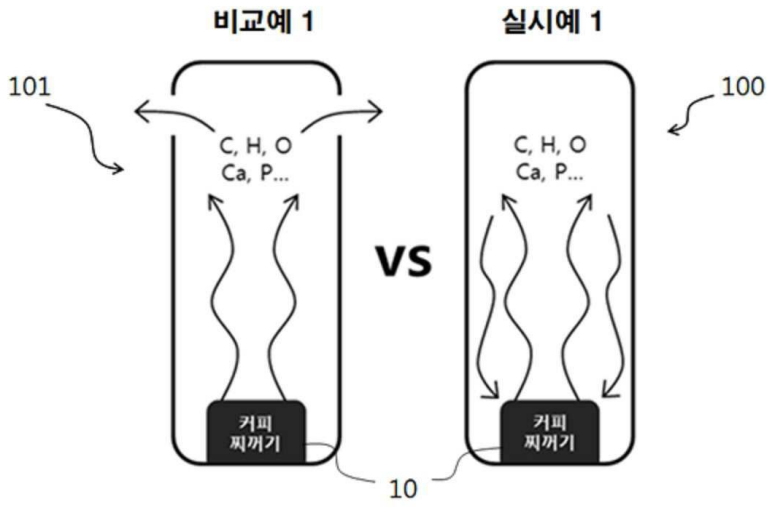
**도면**

**도면1**

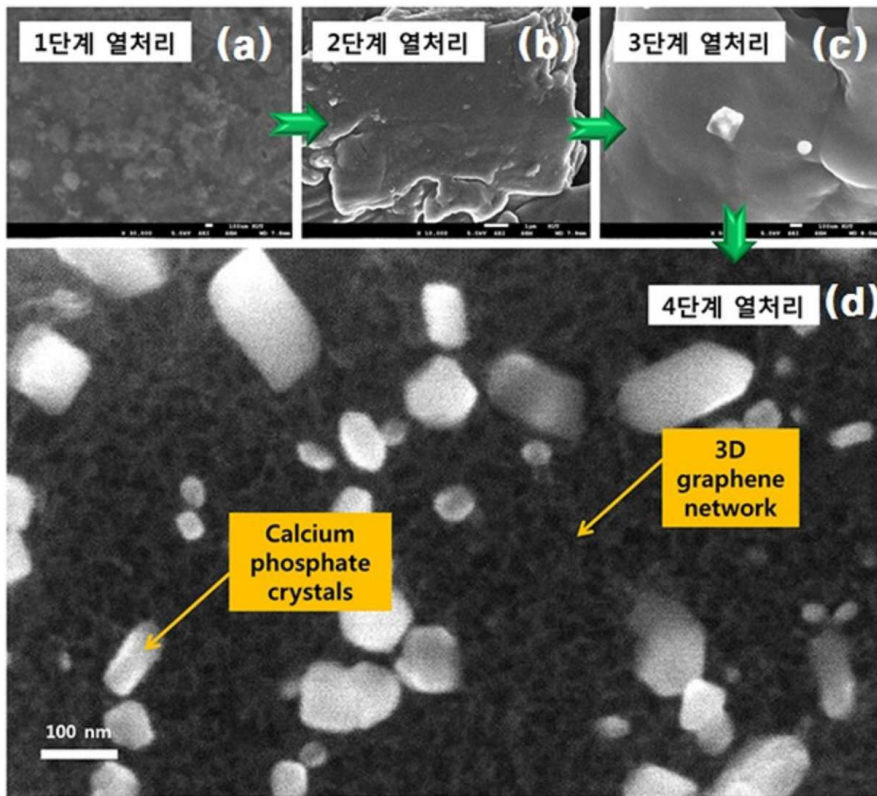




도면2



도면3



도면4

