



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2010-0029498
(43) 공개일자 2010년03월17일

(51) Int. Cl.

B82B 3/00 (2006.01) C01B 31/02 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-0088308

(22) 출원일자 2008년09월08일

심사청구일자 2008년09월08일

(71) 출원인

인하대학교 산학협력단

인천 남구 용현동 253 인하대학교

(72) 발명자

진형준

서울 양천구 신정6동 신시가지아파트 13단지
1305동 206호

김훈식

인천광역시 남구 용현동 176-6 대명주택 304호

권순민

경기 남양주시 지금동 391-38 2/6

(74) 대리인

김홍균

전체 청구항 수 : 총 6 항

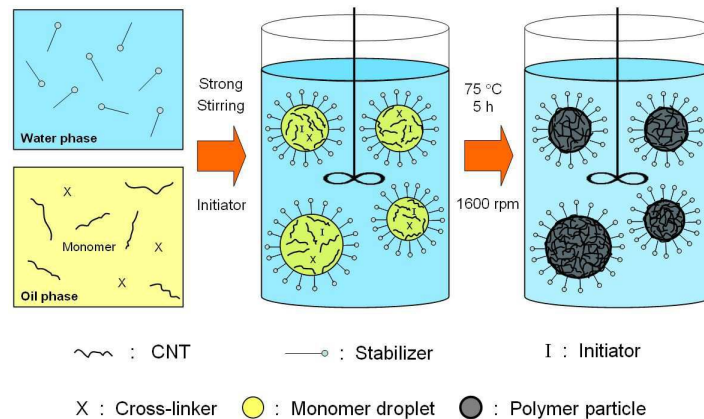
(54) 가교된 탄소나노튜브 볼 및 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 가교된 탄소나노튜브 볼 및 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체를 제조하는 방법에 관한 것이다. 본 발명은 수용액상과 유기상의 2상(相) 용액을 동시현탁중합법을 이용해 유기상의 스티렌 단량체를 중합한 후, 세척과 건조를 통해 구형의 가교된 탄소나노튜브 볼을 제조한다. 또한 제조한 가교된 탄소나노튜브 볼을 전기전도성 마이크로 충전제로 사용하여 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체를 제조한다.

본 발명에 따르면 가교된 탄소나노튜브 볼이 표면 및 내부에 탄소나노튜브를 포함하므로, 고분자 복합체의 보강제나 충전제로 사용될 수 있으며, 전기전도성 입자로 사용될 수 있다. 또한 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체는 폴리스티렌보다 내충격성 및 물리적 특성이 향상된다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

안정제가 용해된 수용액상 및 탄소나노튜브, 가교제, 개시제를 포함하는 단량체의 유기상을 제조하는 단계;

상기 수용액상과 상기 단량체의 유기상을 교반하여 에멀전을 제조하는 단계; 및

동시현탁중합법으로 상기 단량체를 중합하여 가교된 탄소나노튜브 볼을 형성하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 가교된 탄소나노튜브 볼 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 안정제가 용해된 수용액상 및 탄소나노튜브, 가교제, 개시제를 포함하는 단량체 유기상을 제조하는 단계는,

상기 탄소나노튜브가 포함된 유기상을 초음파 처리하는 것을 특징으로 하는 가교된 탄소나노튜브 볼 제조 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 형성된 가교된 탄소나노튜브 볼을 세척하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 가교된 탄소나노튜브 볼 제조 방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 기재된 방법으로 제조된 가교된 탄소나노튜브 볼.

청구항 5

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 기재된 방법으로 가교된 탄소나노튜브 볼을 제조하는 단계; 및

상기 제조된 가교된 탄소나노튜브 볼을 마이크로 충전제로 사용하여 폴리스티렌과 복합화 하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체 제조 방법.

청구항 6

제5항에 기재된 방법으로 제조된 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체를 제조하는 방법에 관한 것으로, 보다 구체적으로는 스티렌 단량체의 현탁중합 방법을 이용하여 가교된 탄소나노튜브 볼을 제조하고, 제조한 가교된 탄소나노튜브 볼을 전기전도성 마이크로 충전제로 사용하여 용액캐스팅 방법으로 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체를 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 탄소나노튜브는 약 1 TPa의 매우 높은 영률을 가질 뿐만 아니라 1000이상의 높은 종횡비, 전기 및 열 전도성, 저밀도, 유연성을 가지는 것으로 알려졌다. 그러므로 탄소나노튜브가 첨가된 고분자 복합재료는 고강도 및 저중량의 물성을 가지게 된다. 또한 탄소나노튜브는 뛰어난 전기적 특성으로 가져 비전도성 고분자에 전기 전도성을 부여하는데 사용될 수 있다. 그러나 탄소나노튜브가 고분자와 복합화하여 고분자가 가지는 고유특성을 향상시키기 위해서는, 탄소나노튜브가 고분자내에서 잘 분산되어야하며 고분자 매트릭스와 탄소나노튜브 간에 강한 계면 접착력이 존재해야 한다.

[0003] 일반적으로 폴리스티렌은 널리 사용되는 고분자의 하나로, 가격이 저렴하고 산업적으로 쉽게 적용이 가능하다. 그러나 폴리스티렌은 엔지니어링 응용과 같은 고도의 기술 및 특성이 요구되는 분야에서는 적용하기 어렵다는 단점이 있다. 이러한 단점을 해결하기 위해서 다른 고분자나 단량체와의 블렌딩이나 공중합을 통하여 폴리스티렌의 열 저항성이나 충격 강도 등을 향상시켜 사용하고 있다.

[0004] 하지만 내충격성 폴리스티렌은 고무상인 폴리부타디엔이 5~15% 정도로 상당히 많은 양이 첨가되어 있는데, 폴리스티렌의 내충격성을 보다 증가시키기 위해 폴리부타디엔의 양을 증가시키면 인장강도 및 표면광택과 같은 다른 물리적 특성이 쇠퇴한다. 또한 제조과정에 있어서도 고무상의 폴리부타디엔의 양이 증가하면 중합과정 중 반응점도의 증가로 반응혼합 및 반응열의 조절이 어렵다는 단점이 있다. 따라서 폴리스티렌의 내충격성을 향상시킴과 동시에 다른 물성도 유지 및 향상시키기 위한 방법이 요구된다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

[0005] 본 발명의 목적은 표면 및 내부에 탄소나노튜브를 포함하는 가교된 탄소나노튜브 및 그의 제조 방법을 제공하는 것이다.

[0006] 또한 제조한 가교된 탄소나노튜브 볼을 전기전도성 마이크로 충전제로 사용한 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체 및 그의 제조 방법을 제공하는 것이다.

과제 해결수단

[0007] 본 발명의 실시예에 따른 가교된 탄소나노튜브 볼 제조 방법은 수용액상과 단량체의 유기상을 제조하는 단계, 에멀전을 제조하는 단계, 가교된 탄소나노튜브 볼을 형성하는 단계를 포함한다. 수용액상에는 안정제가 용해되며, 단량체의 유기상은 탄소나노튜브, 가교제 및 개시제를 포함한다. 에멀전은 수용액상과 상기 단량체의 유기상을 교반하여 제조한다. 가교된 탄소나노튜브 볼은 동시현탁중합법으로 단량체를 중합하여 형성한다. 탄소나노튜브가 포함된 유기상은 초음파 처리될 수 있다. 형성된 가교된 탄소나노튜브 볼은 세척될 수 있다.

[0008] 본 발명의 실시예에 따른 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체 제조 방법은 가교된 탄소나노튜브 볼을 제조하는 단계, 가교된 탄소나노튜브 볼을 마이크로 충전제로 사용하여 폴리스티렌과 복합화 하는 단계를 포함한다.

효과

[0009] 본 발명은 가교된 탄소나노튜브 볼이 내부 및 외부에 탄소나노튜브를 포함하고 있으므로, 고분자 복합 재료의 보강제나 충전제 등으로 사용할 수 있고, 전기전도성 입자로서 비전도성 유체와 함께 전기유변유체나 전기영동 입자로 사용될 수 있다. 또한 동시현탁중합법을 사용하여 가교된 탄소나노튜브 볼을 제조하면, 탄소나노튜브의 고유한 특성을 손상시키지 않으며, 제조 방법이 간단하다.

[0010] 본 발명의 또 다른 효과는 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체가 폴리스티렌의 내충격성을 향상시키면서 인장강도와 같은 기타 물리적 특성의 감소를 보완할 수 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

[0011] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예들을 상세히 설명한다. 이 때, 첨부된 도면에서 본 발명의 요지를 흐리게 할 수 있는 공지 기능 및 구성에 대한 상세한 설명은 생략할 것이다. 마찬가지로 이유로 첨부 도면에 있어서 일부 구성요소는 과장되거나 생략되거나 개략적으로 도시되었다.

[0012] 본 발명의 실시예에 따른 가교된 탄소나노튜브 볼을 제조하는 방법은 스티렌 단량체의 동시현탁중합법을 기본으로 한다. 가교된 탄소나노튜브 볼을 제조하는 방법은 (A) 안정제가 용해된 수용액상 및 탄소나노튜브, 가교제 및 개시제를 포함한 스티렌 단량체의 유기상을 제조하는 단계와, (B) 수용액상과 유기상의 2상(相) 용액이 교반을 통해 안정한 에멀전을 형성하는 단계와, (C) 동시현탁중합법을 사용하여 에멀전자체에서 중합반응을 하여 마이크로 사이즈의 구형의 가교된 탄소나노튜브 볼을 제조하는 단계를 포함한다.

[0013] 안정제로는 분산된 에멀전의 뭉침을 입체적으로 방지하는 현탁제로서 많이 사용되는 폴리비닐알코올 또는 폴리비닐피롤리돈과 같은 다양한 종류의 고분자가 사용될 수 있다. 본 실시예에서는 폴리비닐알코올을 안정제로 사

용하였고, 폴리비닐알코올은 0.057~0.083wt%가 수용액상에 포함되어 있다.

[0014] 본 실시예에 따라 제조된 유기상에 포함된 탄소나노튜브의 함량은 1.5wt%인 것이 바람직하다. 이는 최종적으로 제조된 가교된 탄소나노튜브 볼의 물성의 향상이 기대되면서 볼의 내부와 외부에 탄소나노튜브가 존재하기 위한 최적의 탄소나노튜브의 함량이다. 여기서 탄소나노튜브는 95%이상의 순도를 가지며 화학기상증착법으로 제조된다. 탄소나노튜브를 유기상의 스티렌 단량체에 분산시키기 위하여 유기상에서 초음파 처리를 할 수 있다. 본 실시예에서는 28kHz 및 600W 조건에서 발생한 초음파를 이용하여 8시간동안 상온에서 처리한다. 유기상은 스티렌 단량체로 중합반응을 위해 개시제인 2,2'-아조비스아이스부티로나이트릴을 2.3wt%를 포함할 수 있고, 가교반응을 위해 가교제인 다이비닐벤젠을 10mol%를 포함할 수 있다.

[0015] 본 실시예에 따른 에멀전을 형성하는 단계에서 수용액상과 유기상의 무게비율이 97.8:2.2인 것이 바람직하다. 형성된 에멀전을 동시현탁중합법으로 1600rpm으로 75℃에서 5시간동안 중합하여 가교된 탄소나노튜브 볼을 제조한다.

[0016] 이와 같은 방법으로 제조한 탄소나노튜브 볼을 이용하여 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체를 제조할 수 있다. 본 실시예에서는 제조한 가교된 탄소나노튜브 볼을 용액캐스팅방법으로 고분자와 복합화하여 전기전도성 마이크로 충전제로서 사용할 수 있다. 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체를 제조하기 위해서는 일단 제조한 가교된 탄소나노튜브 볼을 0.5~1.0wt%를 유기용매인 클로로포름에 용해시킨다. 가교된 탄소나노튜브 볼이 클로로포름에 잘 분산되도록 초음파 처리할 수 있다. 본 실시예에서는 28kHz 및 600W 조건에서 발생한 초음파를 이용하여 1시간동안 상온에서 처리한다. 가교된 탄소나노튜브 볼이 분산된 클로로포름에 중량평균분자량 260,000g/mol의 폴리스티렌을 교반을 통해 용해시킨다.

[0017] 이하 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 구체적인 실시예를 상세히 설명한다.

[0018] <실시예>

[0019] 구형의 가교된 탄소나노튜브 볼 제조

[0020] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 가교된 탄소나노튜브 볼의 제조 방법을 나타내는 도면이다.

[0021] 본 실시예에서는 가교된 탄소나노튜브 볼을 제조하기 위해 스티렌 단량체의 동시현탁중합법을 이용함과 동시에 탄소나노튜브의 도입을 위해 동시현탁중합법을 이용한다. 먼저 220mL의 증류수에 안정제로서 0.125~0.183g의 폴리비닐알코올을 용해시켜서 반응액인 수용액상을 제조한다. 다음으로 스티렌 단량체 4.5g에 1.5wt%의 탄소나노튜브와 가교제로서 사용되는 다이비닐벤젠을 10mol%를 용해시킨다. 탄소나노튜브는 스티렌 단량체 용액 내에 잘 분산되도록 8시간 동안 초음파 처리 된다. 미니멀크중합법이라고도 불리는 동시현탁중합법을 위해서 스티렌 단량체에 용해되는 개시제인 2,2'-아조비스아이스부티로나이트릴 0.12g을 탄소나노튜브 및 가교제를 포함한 스티렌 단량체 용액에 교반을 통해서 용해시켜 유기상을 제조한다.

[0022] 제조된 수용액상을 교반기를 사용하여 1000rpm으로 교반하면서 스포이드로 제조한 유기상을 방울로 첨가하여, 수용액상에 안정화된 탄소나노튜브, 가교제 및 개시제가 포함된 스티렌 단량체 에멀전을 제조한다. 현탁중합의 특성상 이 때 제조된 마이크로 크기의 에멀전 방울이 최종적으로 얻어지는 마이크로 볼이 된다.

[0023] 제조된 스티렌 단량체 에멀전이 중합하여 폴리스티렌의 고분자로 합성되도록 1600rpm으로 75℃에서 5시간동안 중합하여 가교된 탄소나노튜브 볼을 제조한다. 동시현탁중합법으로 제조한 가교된 탄소나노튜브 볼은 미반응 스티렌 단량체와 안정제를 포함하기 때문에, 순수한 가교된 탄소나노튜브 볼을 제조하기 위해서는 세척을 하여야 한다. 세척은 메탄올과 증류수를 이용하여 할 수 있다. 충분히 세척한 후 상온에서 24시간 동안 건조하고, 진공하에서 24시간 동안 건조하여 최종적으로 가교된 탄소나노튜브 볼을 제조한다. 제조된 구형의 가교된 탄소나노튜브 볼의 크기는 1~100μm일 수 있다.

[0024] 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체 제조

[0025] 이상에서 설명한 방법으로 제조한 가교된 탄소나노튜브 볼을 이용하여 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체를 제조할 수 있다. 본 실시예에서는 용액캐스팅방법으로 가교된 탄소나노튜브 볼을 폴리스티렌과 복합화하여 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체를 제조한다.

[0026] 이를 구체적으로 살펴보면, 우선 가교된 탄소나노튜브 볼을 30mL의 클로로포름에 0.5~1.0wt%로 넣고 초음파 처리를 통하여 안정한 가교된 탄소나노튜브 볼 분산용액을 제조한다. 폴리스티렌과의 복합화를 위해 가교된 탄소나노튜브 볼 분산용액에 중량평균분자량 260,000g/mol의 폴리스티렌 3g을 24시간동안 교반을 통해 용해시킨다.

용해된 용액을 5×5cm의 일정한 틀에 부어 상온에서 96시간동안 건조하여 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체를 제조한다.

[0027]

[0028] 가교된 탄소나노튜브 볼 및 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체 특성 분석

[0029] 가교된 탄소나노튜브 볼 및 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체의 특성 분석을 위해, 전계방출 주사전자현미경(S-4300SE, 히타치사, 일본)을 사용하여 가교된 탄소나노튜브 볼 및 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체의 인장강도 시험 후 파단면의 표면 특성을 관찰하였다. 주사전자현미경 사진은 알루미늄 SEM 원판 위에 시료를 올려 고정시키고 백금 코팅을 한 후 촬영하였다. 측정은 15kV의 가속전압과 6mm의 작동 거리 조건에서 수행되었다. 고-분해능 투과전자현미경은 필립스(Philips) CM 200 장비를 사용하였고 120kV의 가속전압 조건에서 측정하였다. 가교된 탄소나노튜브 볼의 단면을 관찰하기 위하여 시료를 에폭시 몰딩한 후, 초박절편기를 이용하여 매우 얇은 박편의 형태로 제조 하였으며, 이 때 형성된 작은 박편을 탄소로 코팅된 200 메쉬(mesh)의 구리 그리드(Cu grid) 위에서 놓고 관찰하였다. 가교된 탄소나노튜브 볼 및 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체의 전기 전도도는 사탐침방법(four-probe method)으로 측정하였다. 가교된 탄소나노튜브 볼의 전기 전도도를 측정은 1톤의 압력 하에서 지름 13mm, 두께 0.7mm의 디스크형태의 펠렛(pellet)으로 만들어 측정하였다. 가교된 탄소나노튜브볼의 화학적 공유결합의 특성을 푸리에변환 적외선 분광기(VERTEX 80v, 브루커 옵틱스, 독일)를 통하여 관측하였다. 적외선 분광기는 시료를 KBr과 함께 분쇄한 후 전기 전도도 측정할 때와 마찬가지로 디스크형태의 펠렛으로 만든 후 투과모드로 측정하였다. 광학현미경은 올림푸스 (Olympus) BX 51 장비를 통하여 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체의 가교된 탄소나노튜브 볼의 분산모습을 관측하였다. 제조한 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체의 기계적 물성을 확인하기 위해 인장시험은 만능인장시험기(Model 5569, 인스트롱, 미국)로 측정하였고, 내충격시험은 전자충격시험기(Resil 25, 치스트, 이탈리아)로 측정하였다. 인장시험은 ASTM D638(type I)의 시험절차를 따랐고 내충격시험은 비흠집 시험으로 ISO 180/1U의 시험절차를 따랐다. 모든 시험은 상온에서 최소 5번을 수행한 후 평균한 값을 구하였다.

[0030] 구형의 가교된 탄소나노튜브 볼의 모양과 화학적 특성

[0031] 도 2는 본 발명의 실시예에 따라 제조된 구형의 가교된 탄소나노튜브 볼과 그의 고배율 주사전자현미경 사진이다.

[0032] 본 발명의 실시예에 따라 제조된 가교된 탄소나노튜브 볼은 유기상인 스티렌 단량체에 충분한 양의 탄소나노튜브를 도입하여 볼의 내부와 외부가 모두 탄소나노튜브로 도입되어 하나의 탄소나노튜브 볼이 되었다. 가교된 탄소나노튜브 볼은 1~100 μ m의 다양한 크기를 가진다. 도 2에서 밝은 부분은 높은 전도도를 나타내는 탄소나노튜브로 인한 것이다. 도 2를 살펴보면 가교된 탄소나노튜브 볼의 표면에 탄소나노튜브가 균일하게 분포되어 있는 것을 확인할 수 있었다. 또한, 가교된 탄소나노튜브 볼의 표면에 위치한 탄소나노튜브가 네트워크 구조를 이루는 것을 확인할 수 있으며, 이는 제조된 복합체의 전기 전도도의 향상되었음을 의미한다.

[0033] 도 3은 본 발명의 실시예에 따라 제조된 가교된 탄소나노튜브 볼의 표면과 단면을 나타내는 투과 전자 현미경 사진이다.

[0034] 가교된 탄소나노튜브 볼의 내부 및 표면에 도입된 탄소나노튜브를 확인하기 위하여 투과전자 현미경을 사용하여 복합 입자의 단면을 관찰하였다. 도 3에 나타난 바와 같이, 탄소나노튜브가 볼의 표면 및 내부에 꼭 들어차 있다.

[0035] 도 4는 본 발명의 실시예에 따라 제조된 가교된 탄소나노튜브 볼이 동시현탁중합법에 의해 폴리스티렌과 공유결합으로 연결되고 그에 따라 탄소나노튜브 간에 가교가 되었음을 나타내는 푸리에 변환 적외선 분광그래프이다.

[0036] 가교 여부를 비교하기 위해 오직 스티렌 단량체만 중합한 것, 가교제와 스티렌 단량체만으로 중합한 것, 스티렌 단량체와 탄소나노튜브를 넣고 중합한 것을 함께 비교하였다. 스티렌 단량체를 동시현탁중합법을 이용하여 중합할 경우 폴리스티렌의 특성피크가 잘 나타나는 것으로 중합반응이 잘 이루어 졌음을 확인할 수 있다.

[0037] 본 발명의 실시예에서와 같이 동시현탁중합법에 의해 탄소나노튜브가 들어간 시료의 경우 1665 cm^{-1} 에서 새로운 피크가 나타나는 것을 확인할 수 있다. 이는 폴리스티렌이 탄소나노튜브 표면에 화학적 공유결합에 의해 그래프팅(grafting) 되는 것에 기인한다. 즉, 동시현탁중합법과 같은 라디칼중합은 라디칼이 개시제에 의해 생성됨으로서 중합반응이 시작되는데, 이때 성장하던 라디칼이 탄소나노튜브의 표면으로 라디칼이동하면서 화학적 결합을 이루게 된다. 또한 같이 넣어준 가교제는 스티렌 단량체와 유사한 구조로 스티렌 단량체가 중합하는 도중 중

함에 참여하므로 폴리스티렌의 가교를 유도하게 된다. 따라서 가교된 탄소나노튜브 볼의 내부 및 표면에 도입된 탄소나노튜브는 폴리스티렌과 화학적 결합을 이루고 있고, 폴리스티렌 간에도 가교체에 의해 화학적 결합이 생겨 최종적으로 가교된 탄소나노튜브 볼이 얻어짐을 확인할 수 있다.

[0038] 가교된 탄소나노튜브 볼 및 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체의 전기적 특성

[0039] 본 발명의 실시예에 따라 제조된 가교된 탄소나노튜브 볼은 다수의 탄소나노튜브로 이루어져 있다. 다수의 탄소나노튜브가 볼의 표면과 내부에 위치함에 따라 전기가 흐르기 용이한 형태를 가지게 되며, $7.7 \times 10^{-3} \text{ S/cm}$ 의 높은 전기 전도성을 나타내었다.

[0040] 도 5는 본 발명의 실시예에 따라 제조된 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체내에 가교된 탄소나노튜브 볼이 분산된 것을 나타내는 광학현미경 사진과 모식도이다.

[0041] 도 5에 나타난 바와 같이, 제2 실시예에 따른 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체가 폴리스티렌 연속상 매트릭스에 잘 분산되어 있고, 서로 상분리 되어 있다. 전기 전도성은 도입한 가교된 탄소나노튜브 볼이 1.0wt% 일 때 $1.2 \times 10^{-5} \text{ S/cm}$ 의 전기 전도성을 나타내었다. 이는 가교된 탄소나노튜브 볼 사이에 비전도성 물질인 폴리스티렌이 존재하기 때문이다. 비록 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체의 전기 전도성이 가교된 탄소나노튜브 볼의 전기 전도성보다 낮은 결과를 보였지만, 폴리스티렌의 10^{-16} S/cm 의 전기 전도성보다 상당히 좋은 결과이다.

[0042] 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체의 기계적 물성

[0043] 본 발명의 실시예에 따라 제조된 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체의 기계적 물성을 인장 시험과 내충격 시험으로 확인하였다. 시험은 전기 전도성의 향상뿐만 아니라 강화제로서의 영향을 확인하기 위해 순수한 폴리스티렌 및 폴리스티렌/탄소나노튜브 복합체와 비교하였다. 인장 시험 결과 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체가 순수한 폴리스티렌보다 인장강도 24%, 신장률 63.6%, 그리고 영률 19.7%가 증가했음을 확인하였다. 반면 폴리스티렌/탄소나노튜브 복합체는 순수한 폴리스티렌보다 인장강도 -2.3%, 신장률 -13.6, 영률 -5.2%로 기계적 물성이 오히려 감소하는 것을 확인하였다. 또한 내충격시험 결과 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체가 순수한 폴리스티렌보다 내충격강도가 16.2% 증가한 반면, 폴리스티렌/탄소나노튜브 복합체의 경우 -21.6%가 감소한 결과를 보였음을 확인하였다.

[0044] 본 발명의 실시예에 따라 제조된 가교된 탄소나노튜브 볼이 폴리스티렌에 전기 전도성 마이크로 충전제로 도입되면 전기 전도성의 향상과 더불어 강화제로서의 역할도 하는 것으로 확인하였다. 이러한 결과는 가교된 탄소나노튜브 볼에 존재하는 폴리스티렌과 복합체의 연속상인 폴리스티렌 매트릭스가 같은 고분자이므로 상용성에 의한 좋은 분산성 및 강한 계면접착력에 기인한 것과, 마이크로 사이즈의 가교된 탄소나노튜브 볼이 외부에서 힘이 작용해서 복합체에 도입되었을 때 외부의 힘 및 균열의 진행을 막는 크랙실딩 효과(crack-shielding effect)에 의한 것이다.

[0045] 도 6은 본 발명의 실시예에 따라 제조된 폴리스티렌/탄소나노튜브 복합체의 인장시험 이후에 시료의 파단면을 보여주는 주사전자현미경 사진이다. 도 6의 (a)는 폴리스티렌/탄소나노튜브 볼 복합체의 인장강도 시험이후 복합체의 파단면 사진이고, 도 6의 (b)는 (a)의 고배율의 주사전자현미경 사진이며, 도 6의 (c)는 폴리스티렌/탄소나노튜브 복합체의 인장강도 시험이후 복합체의 파단면 사진이고, 도 6의 (d)는 (c)의 고배율의 주사전자현미경 사진이다.

[0046] 폴리스티렌/탄소나노튜브 복합체의 경우 탄소나노튜브들과 연속상인 폴리스티렌의 계면 접착력이 나쁜 것을 탄소나노튜브가 파단면에 다 들어난 것을 통해 확인하였다. 반면 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체의 경우 볼의 형태를 잘 유지하고 있고 파단면에 드러난 탄소나노튜브가 잘 정돈된 것으로 가교된 탄소나노튜브 볼과 연속상인 폴리스티렌의 계면 접착력이 좋다는 것을 확인할 수 있다.

[0047] 한편, 본 명세서와 도면에 개시된 본 발명의 실시예들은 본 발명이 기술 내용을 쉽게 설명하고 본 발명의 이해를 돕기 위해 특정 예를 제시한 것일 뿐이며, 본 발명의 범위를 한정하고자 하는 것은 아니다. 여기에 개시된 실시예들 이외에도 본 발명의 기술적 사상에 바탕을 둔 다른 변형예들이 실시 가능하다는 것은 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 자명한 것이다.

산업이용 가능성

[0048] 본 발명은 동시현탁중합법을 사용하여 2상(相) 용액의 혼합 과정에 의한 에멀전 형성을 통한 구형의 가교된 탄소나노튜브 볼의 제조방법과 그 볼의 응용으로서 폴리스티렌과 복합체를 제조함에 따른 특성을 제공함으로써, 종래에 도전성 볼로서 성형이 복잡하고 어려웠던 탄소나노튜브를 간단하고 효율적인 방법을 통하여 구형의 볼로 제조할 수 있음과 폴리스티렌의 기계적 및 전기적 특성을 향상시킬 수 있다. 이러한 전기 전도성의 가교된 탄소나노튜브 볼은 전도성 마이크로 입자로서 전자장비, 전계방출 디스플레이, 전기유동유체, 전도성 접착제, 비등방성 전도성 필름 그리고 전자기 차폐시트 등의 다양한 분야에서 응용될 수 있다. 또한 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체의 경우 기존의 내충격성 폴리스티렌을 대체하여 사용할 수 있다. 폴리스티렌 이외에 다른 고분자를 사용하여 같은 결과를 기대할 수 있으므로 넓은 영역에서의 응용이 가능하다.

도면의 간단한 설명

[0049] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 가교된 탄소나노튜브 볼의 제조 방법을 나타내는 도면이다.

[0050] 도 2는 본 발명의 실시예에 따라 제조된 구형의 가교된 탄소나노튜브 볼과 그의 고배율 주사전자현미경 사진이다.

[0051] 도 3은 본 발명의 실시예에 따라 제조된 가교된 탄소나노튜브 볼의 표면과 단면을 나타내는 투과 전자 현미경 사진이다.

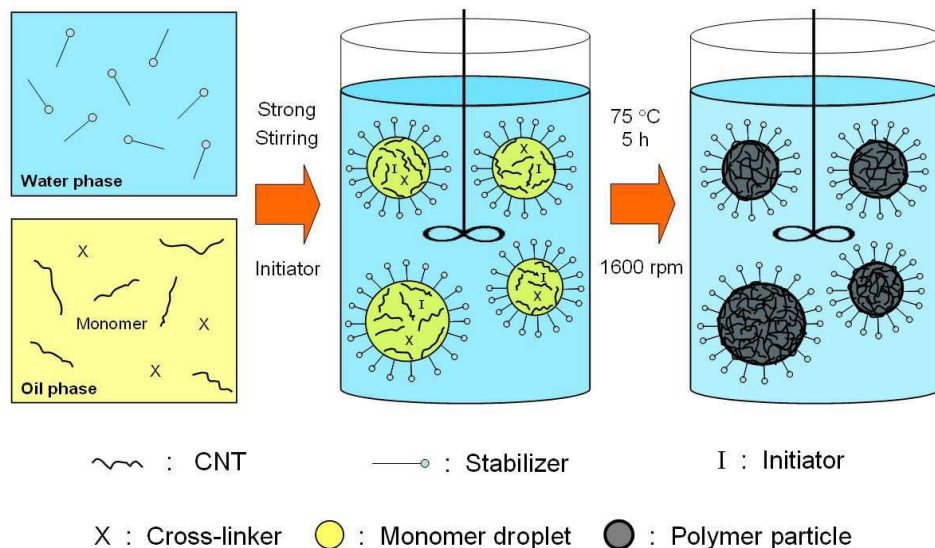
[0052] 도 4는 본 발명의 실시예에 따라 제조된 가교된 탄소나노튜브 볼이 동시현탁중합법에 의해 폴리스티렌과 공유결합으로 연결되고 그에 따라 탄소나노튜브 간에 가교가 되었음을 나타내는 푸리에 변환 적외선 분광그래프이다.

[0053] 도 5는 본 발명의 실시예에 따라 제조된 폴리스티렌/가교된 탄소나노튜브 볼 복합체내에 가교된 탄소나노튜브 볼이 분산된 것을 나타내는 광학현미경 사진과 모식도이다.

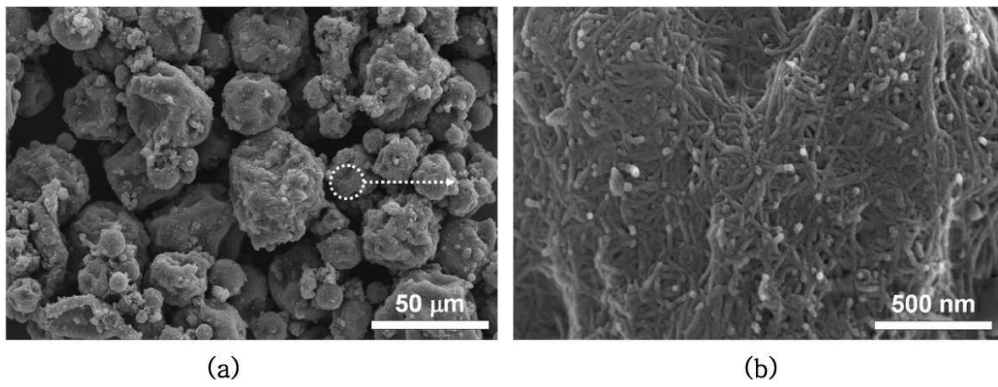
[0054] 도 6은 본 발명의 실시예에 따라 제조된 폴리스티렌/탄소나노튜브 복합체의 인장시험 이후에 시료의 파단면을 보여주는 주사전자현미경 사진이다.

도면

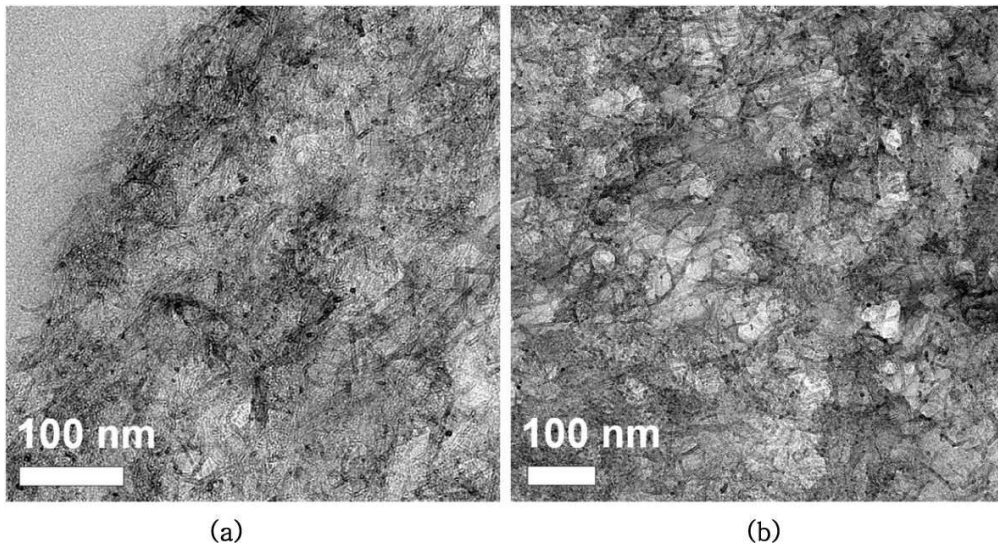
도면1



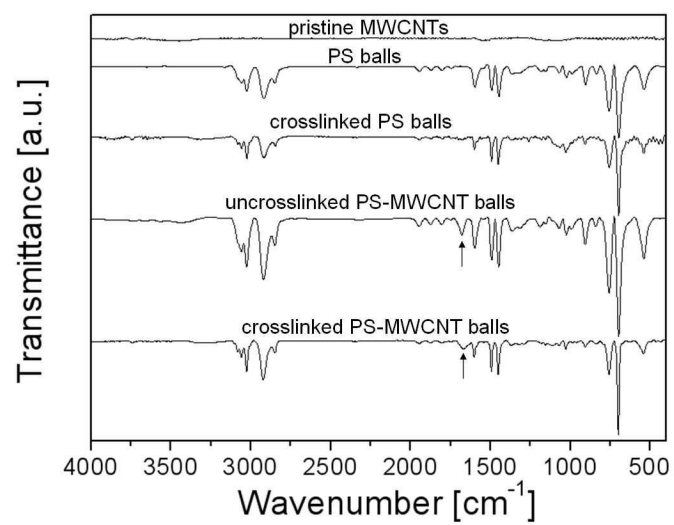
도면2



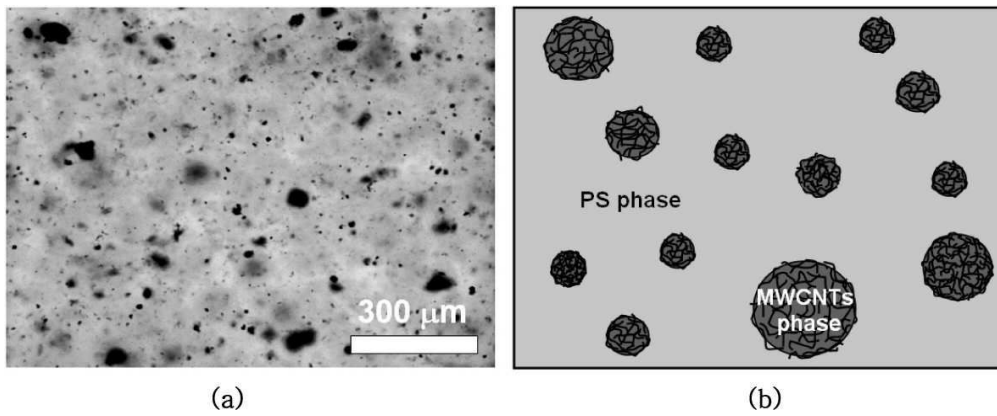
도면3



도면4



도면5



도면6

