

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl.⁷
B82B 3/00

(11) 공개번호 10-2005-0121426
(43) 공개일자 2005년12월27일

(21) 출원번호 10-2004-0046552
(22) 출원일자 2004년06월22일

(71) 출원인 삼성에스디아이 주식회사
경기 수원시 영통구 신동 575

(72) 발명자 한인택
서울특별시 서초구 서초동 1641-13 아남아파트 1동 702호
김하진
경기도 수원시 팔달구 망포동 486-7 도고빌라 6동 401호

(74) 대리인 리엔목특허법인
이혜영

심사청구 : 없음

(54) 탄소나노튜브 제조용 촉매의 제조 방법

요약

본 발명에서는, 탄소나노튜브 성장의 기초가 되는 촉매 미립자를 기판 위에 더욱 균일하게 형성시킬 수 있는 새로운 방법과, 균일도가 향상된 카본나노튜브 합성 방법을 제공한다. 본 발명에서 제공하는 촉매 미립자 형성 방법은, 촉매금속 전구체 용액을 기판 위에 도포하는 단계; 상기 기판 위에 도포된 촉매금속 전구체 용액을 냉동건조하는 단계; 및 냉동건조된 촉매금속 전구체를 촉매금속으로 환원시키는 단계를 포함한다. 본 발명의 촉매 미립자 형성 방법은, 촉매금속 전구체 용액을 냉동건조하므로써, 촉매 미립자 형성 과정에서의 촉매 미립자의 응집 및/또는 재결정을 최소화시킬 수 있다. 그리하여, 본 발명의 방법으로 형성된 촉매 미립자는, 매우 균일한 입자크기를 가지며, 또한 기판 위에 매우 균일하게 분포된다.

대표도

도 1

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명의 실시예에 따라 제조된 탄소나노튜브 제조용 촉매 미립자를 보여주는 광학현미경 사진이다.

도 2는 본 발명의 실시예에 따라 제조된 탄소나노튜브 균집의 측면을 보여주는 전자현미경 사진이다.

도 3은 본 발명의 실시예에 따라 제조된 탄소나노튜브 균집의 표면을 보여주는 전자현미경 사진이다.

도 4는 비교예에 따라 제조된 탄소나노튜브 제조용 촉매 미립자를 보여주는 광학현미경 사진이다.

도 5는 도 4의 일부분을 확대한 도면이다.

도 6은 비교예에 따라 제조된 탄소나노튜브 군집의 성상을 보여주는 전자현미경 사진이다.

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 탄소나노튜브 제조용 촉매의 제조 방법과, 이를 이용한 탄소나노튜브 제조 방법에 관한 것이다.

탄소나노튜브는 보통 수 nm 정도의 매우 미세한 직경과 약 10 내지 약 1,000 정도의 매우 큰 종횡비를 갖는 원통형 재료이다. 탄소나노튜브에 있어서, 일반적으로, 탄소원자들은 육각형 벌집구조로 배열되어 있으며, 각각의 탄소원자는 인접하는 3 개의 탄소원자와 결합하고 있다. 탄소나노튜브는, 그 구조에 따라서, 도체의 성질 또는 반도체의 성질을 가질 수 있다. 도체의 성질을 띠는 탄소나노튜브의 전기전도도는 매우 우수한 것으로 알려져 있다. 또한, 탄소나노튜브는 매우 강한 기계적 강도, 테라 단위의 영률(Young's modulus), 우수한 열전도도 등의 특성을 갖는다. 이러한 우수한 특성을 갖는 탄소나노튜브는, 예를 들면, FED의 에미터, 2차전지용 음극 재료, 연료 전지의 촉매 담지체, 고강도 복합소자, 등과 같은 다양한 기술 분야에 매우 유리하게 사용될 수 있다.

탄소나노튜브의 제조 방법으로서, 전기방전법, 레이저증착법, 플라즈마 화학기상증착법, 화학기상증착법, 기상합성법, 전기분해법 등이 알려져 있다.

기상합성법은, 기관을 사용하지 않고, 반응로 안에 반응가스와 촉매금속을 직접 공급하여 기상에서 합성하는 방법으로서 탄소나노튜브를 벌크 형태로 합성하기에 적합한 방법이다. 전기방전법과 레이저증착법은 탄소나노튜브의 합성 수율이 비교적 낮다. 전기방전법과 레이저증착법으로는, 탄소나노튜브의 직경과 길이를 조절하는 것이 용이하지 않다. 또한, 전기방전법과 레이저증착법을 사용하면, 탄소나노튜브 뿐만아니라 비정질 탄소 덩어리가 다량으로 생성되기 때문에, 반드시 복잡한 정제과정이 수반되어야 한다.

기관 위에 탄소나노튜브를 형성시키기 위해서는 일반적으로, 예를 들면, 열화학기상증착법, 저압 화학기상증착법 및 플라즈마 화학기상증착법과 같은 화학기상증착법이 이용된다. 플라즈마 화학기상증착법의 경우, 플라즈마를 이용하여 가스를 활성화시키기 때문에, 저온에서 탄소나노튜브를 합성할 수 있다. 또한, 플라즈마 화학기상증착법은 탄소나노튜브의 직경, 길이, 밀도 등을 비교적 용이하게 조절할 수 있다.

화학기상증착법의 경우에, 기관 위에 형성되는 탄소나노튜브의 밀도를 균일하게 하기 위하여, 미리, 기관 위에, 탄소나노튜브 성장의 기초가 되는 촉매 미립자를 분산시킨다.

예를 들면, 대한민국 공개특허공보 2001-0049398호에는, 기관 위에 촉매금속막을 형성한 후, 상기 촉매금속막을 식각 가스로 식각하여 복수의 촉매 미립자를 형성시키는 방법이 개시되어 있다.

다른 예를 들면, "Chemical physics letter, vol.377 p. 49, 2003"에는, 촉매금속 전구체 용액을 기관 위에 도포하고 건조시킨 후 열처리하므로써, 촉매 미립자를 기관위에 형성시키는 방법이 개시되어 있다. 그러나, 이 경우에, 건조 및 열처리 과정에서, 촉매금속의 재결정 및 응집이 발생하여, 기관 위에 형성되는 촉매금속 미립자의 균일도가 저하되는 문제점이 발생할 수 있다. 기관 위에 형성되는 촉매 미립자의 균일도가 저하되면, 그것을 기초로 하여 성장되는 카본나노튜브의 직경과 생성밀도의 균일성도 저하된다.

기관 위에 형성되는 촉매 미립자의 균일도는 촉매 미립자의 입자크기의 균일성과 촉매 미립자의 생성밀도의 균일성으로 평가될 수 있다. 지금까지 알려진 방법들에 의하여 형성된 촉매 미립자의 균일도는 그다지 만족스럽지 않은 것으로 알려져 있다. 그리하여, 기관 위에 형성되는 촉매 미립자의 균일도를 향상시키기 위한 촉매 미립자의 새로운 형성 방법이 여전히 요구되고 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명에서는, 탄소나노튜브 성장의 기초가 되는 촉매 미립자를 기관 위에 더욱 균일하게 형성시킬 수 있는 새로운 방법을 제공한다.

본 발명에서는 또한, 균일도가 향상된 카본나노튜브 합성 방법을 제공한다.

발명의 구성 및 작용

본 발명에서 제공하는 촉매 미립자 형성 방법은, 촉매금속 전구체 용액을 기관 위에 도포하는 단계; 상기 기관 위에 도포된 촉매금속 전구체 용액을 냉동건조하는 단계; 및 냉동건조된 촉매금속 전구체를 촉매금속으로 환원시키는 단계를 포함한다.

본 발명의 촉매 미립자 형성 방법은, 촉매금속 전구체 용액을 냉동건조함으로써, 촉매금속 미립자 형성 과정에서의 촉매금속 미립자의 응집 및/또는 재결정을 최소화시킬 수 있다. 그리하여, 본 발명의 방법으로 형성된 촉매금속 미립자는, 매우 균일한 입자크기를 가지며, 또한 기관 위에 매우 균일하게 분포된다.

본 발명의 탄소나노튜브 제조 방법은, 촉매금속 전구체 용액을 기관 위에 도포한 후, 상기 기관 위에 도포된 촉매금속 전구체 용액을 냉동건조한 다음 냉동건조된 촉매금속 전구체를 촉매금속으로 환원시켜서, 탄소나노튜브 성장의 기초가 되는 촉매 미립자를 기관 위에 형성시키는 단계; 및 상기 촉매 미립자에 탄소원천을 공급하여, 상기 촉매 미립자 위에 탄소나노튜브를 성장시키는 단계를 포함한다.

이하에서는, 탄소나노튜브 성장의 기초가 되는 촉매 미립자를 기관 위에 형성시키기 위한 본 발명의 방법을 상세히 설명한다. 본 발명의 촉매 미립자 형성 방법은, 촉매금속 전구체 용액을 기관 위에 도포하는 단계; 상기 기관 위에 도포된 촉매금속 전구체 용액을 냉동건조하는 단계; 및 냉동건조된 촉매금속 전구체를 촉매금속으로 환원시키는 단계를 포함한다.

상기 촉매금속 전구체 용액은 촉매금속 전구체;와 촉매금속 전구체를 용해시킬 수 있는 용매를 포함한다.

상기 촉매금속 전구체로서는, 탄소나노튜브 성장의 기초가 될 수 있는 미립자의 금속 형태로 전환될 수 있는 임의의 재료가 사용될 수 있다. 상기 촉매금속 전구체로서는, 예를 들면, 유기금속화합물(organo-metallic compound)이 사용될 수 있다. 상기 유기금속화합물은, 예를 들면, Fe, Co, Ni, Y, Mo, Cu, Pt, V 및 Ti 중에서 선택되는 적어도 하나의 금속원자를 함유할 수 있다. 상기 유기금속화합물의 구체적인 예로서는, 아세트산철(iron acetate), 옥살산철(iron oxalate), 아세트산코발트(cobalt acetate), 아세트산니켈(nickel acetate), 페로센(ferrocene), 또는 이들의 혼합물이 있다.

상기 용매로서는, 상기 촉매금속 전구체를 용해할 수 있는 임의의 액상 물질이 사용될 수 있다. 예를 들면, 상기 용매로서는, 에탄올(ethanol), 에틸렌글리콜(ethylene glycol), 폴리에틸렌글리콜(polyethylene glycol), 폴리비닐알콜(poly vinyl alcohol), 이들의 혼합물 등이 사용될 수 있다.

상기 촉매금속 전구체 용액 중의 상기 촉매금속 전구체의 함량은 특별히 제한되지 않는다. 상기 촉매금속 전구체 용액 중의 상기 촉매금속 전구체의 함량이 너무 작으면, 추후의 탄소나노튜브 제조 공정에서, 탄소나노튜브가 생성되지 않을 수 있고, 너무 많으면, 추후의 탄소나노튜브 제조 공정에서, 생성되는 탄소나노튜브의 직경이 매우 굵어지거나, 생성되는 탄소나노튜브 또는 탄소나노파이퍼의 결정성이 저하될 수 있다. 상기 촉매금속 전구체 용액 중의 상기 촉매금속 전구체의 농도는 전형적으로 약 10 mM 내지 약 200 mM 일 수 있다.

상기 기관은 촉매 미립자가 그 표면 위에 부착될 수 있는 임의의 재료가 사용될 수 있다. 예를 들면, 상기 기관으로서, 예를 들면, Mo, Cr 및 W 와 같이 높은 용점을 갖는 금속, 실리콘, 유리, 플라스틱, 석영, 등이 사용될 수 있다.

상기 촉매금속 전구체 용액을 상기 기관 위에 도포하는 방법으로서, 기관의 표면에 용액을 고르게 코팅할 수 있는 임의의 방법이 사용될 수 있다. 예를 들면, 상기 촉매금속 전구체 용액을 상기 기관 위에 도포하는 방법으로서, 침지법(dip coating), 증발법(evaporation coating), 스크린프린팅(screen printing), 스핀코팅(spin coating) 등이 사용될 수 있다. 또한, 이러한 방법들을 조합한 방법이 사용될 수도 있다.

촉매금속 전구체 용액은 기관의 전표면에 도포될 수도 있고, 기관의 일부 표면에만 도포될 수도 있다.

이와 같이 기관 위에 도포된 촉매금속 전구체 용액은 냉동건조 과정을 거치게 된다. 냉동건조라 함은, 기관 위에 도포된 촉매금속 전구체 용액을, 상기 촉매금속 전구체 용액의 어는점 이하로 냉각한 후, 감압조건 하에서 상기 촉매금속 전구체 용액 중의 용매를 기화시키는 과정을 의미한다.

축매금속 전구체 용액의 어는점은 축매금속 전구체 용액의 조성에 따라 달라질 수 있다. 즉, 축매금속 전구체의 성분, 용매의 성분, 축매금속 전구체의 함량 등과 같은 조건에 의하여 축매금속 전구체 용액의 어는점이 결정될 수 있다. 이러한 축매금속 전구체 용액의 어는점은 열역학적 계산 또는 시행착오법에 의하여 당업자에 의하여 용이하게 측정될 수 있다. 또한, 축매금속 전구체 용액의 조성을 조절함으로써 축매금속 전구체 용액의 어는점을 선택할 수도 있다.

기관 위에 도포된 축매금속 전구체 용액을 축매 용액의 어는점 이하로 냉각하는 과정은 축매금속 전구체 용액의 어는점에 적합한 냉각방법을 사용함으로써 수행될 수 있다. 예를 들면, 냉동기, 액체질소, 등이 사용될 수 있다. 액체질소를 사용하는 경우에, 축매금속 전구체 용액으로 도포된 기관을 액체질소에 담그므로써, 기관 위에 도포된 축매금속 전구체 용액을 축매금속 전구체 용액의 어는점 이하로 냉각할 수 있다.

이와 같이, 기관 위에 도포된 축매금속 전구체 용액을 냉동시킨 후 냉동된 축매금속 전구체 용액 중의 용매 성분을 기화시키기 위하여, 냉동된 축매금속 전구체 용액이 도포되어 있는 기관을 감압환경으로 보낸다. 예를 들면, 냉동된 축매금속 전구체 용액이 도포되어 있는 기관을 진공챔버에 넣은 후, 진공챔버의 내부를 감압시킨다.

감압은 냉동된 축매금속 전구체 용액 중의 용매 성분이 기화되기에 충분한 정도이어야 한다. 이하에서는, 냉동된 축매금속 전구체 용액 중의 용매 성분이 기화되기에 충분한 정도로 감압된 압력을 간단하게 "기화압력(evaporation pressure)"이라 부른다. 기화압력은 사용된 축매금속 전구체 용액의 조성에 따라 달라질 수 있다. 즉, 축매금속 전구체의 성분, 용매의 성분, 축매금속 전구체의 함량, 냉동온도 등과 같은 조건에 의하여 축매금속 전구체 용액의 기화압력이 결정될 수 있다. 이러한 축매금속 전구체 용액의 기화압력은 열역학적 계산 또는 시행착오법에 의하여 당업자에 의하여 용이하게 측정될 수 있다. 또한, 축매금속 전구체 용액의 조성, 냉동온도 등을 조절함으로써 축매금속 전구체 용액 중의 용매의 기화압력을 선택할 수도 있다.

이러한 기화를 통하여 냉동된 축매금속 전구체 용액 중의 용매 성분이 제거된다. 그 결과, 기관의 표면에는 축매금속 전구체 성분이 미립자 형태로 형성된다. 주목할 점은, 본 발명의 방법으로 형성된 축매금속 전구체 미립자는, 비교적 균일한 입자크기를 가지며, 또한 기관 위에 균일하게 분포된다는 점이다.

그 다음에, 기관의 표면에 형성된 축매금속 전구체 미립자를 축매금속 미립자로 환원시킨다. 축매금속 전구체 미립자를 축매금속 미립자로 환원시키는 과정은 예를 들면, 다음과 같이 수행될 수 있다. 먼저, 산화분위기 내에서의 열처리를 통하여 축매금속 전구체를 산화물로 전환시킨 다음, 이렇게 형성된 산화물을, 환원분위기에서 열처리 또는 플라즈마 처리하여, 금속으로 환원시킨다. 축매금속 전구체의 환원과정은 당업계에 알려진 다양한 방법에 의하여 수행될 수 있으므로, 여기에서는 더 이상 자세히 설명하지 않는다.

도 1은, 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 축매금속 미립자의 전자현미경 사진이다. 도 1을 보면, 축매금속 미립자가 기관 위에 고르게 분포되어 있을 뿐만 아니라, 축매금속 미립자의 입자크기가 비교적 균일하다는 것을 알 수 있다.

이하에서는, 본 발명의 탄소나노튜브 제조 방법을 상세히 설명한다.

본 발명의 탄소나노튜브 제조 방법은, 축매금속 전구체 용액을 기관 위에 도포한 후, 상기 기관 위에 도포된 축매금속 전구체 용액을 냉동건조한 다음 냉동건조된 축매금속 전구체를 축매금속으로 환원시켜서, 탄소나노튜브 성장의 기초가 되는 축매 미립자를 기관 위에 형성시키는 단계; 및 상기 축매 미립자에 탄소원천을 공급하여, 상기 축매 미립자 위에 탄소나노튜브를 성장시키는 단계를 포함한다.

기관 위에 축매 미립자를 형성시키는 단계는 앞에서 설명한 본 발명의 축매 미립자 형성 방법과 같다.

축매 미립자에 탄소원천을 공급하여, 상기 축매 미립자 위에 탄소나노튜브를 성장시키는 단계는, 탄소나노튜브의 제조에 사용될 수 있는 다양한 방법에 의하여 수행될 수 있다.

예를 들면, 상기 탄소나노튜브 성장 단계에서는, 반응챔버 내에, 탄소나노튜브 성장의 기초가 되는 축매 미립자가 부착되어 있는 기관을 위치시키고, 상기 반응챔버 내에 탄소전구체가스를 공급한 후, 상기 반응챔버 내에서 상기 탄소전구체가스를 분해하여 상기 축매 미립자에 탄소를 공급하므로써, 상기 축매 미립자 위에서 탄소나노튜브가 성장하게 된다.

더욱 구체적인 예를 들면, 상기 탄소나노튜브 성장 단계는, 저압 화학기상증착법, 열화학기상증착법, 플라즈마 화학기상증착법에 의하여 수행될 수 있으며, 또는 이들 방법을 조합한 방법에 의해서도 수행될 수 있다.

탄소전구체가스로서는, 예를 들면, 아세틸렌, 메탄, 프로판, 에틸렌, 일산화 탄소, 이산화탄소, 알코올, 벤젠 등과 같은 탄소 함유화합물이 사용될 수 있다.

상기 반응챔버 내의 온도가 너무 낮으면 생성되는 탄소나노튜브의 결정성이 저하될 수 있고, 너무 높으면 탄소나노튜브가 잘 형성되지 않을 수 있다. 이러한 점을 고려하여, 상기 반응챔버 내의 온도는 전형적으로 약 450 내지 약 1100 °C 일 수 있다.

상기 탄소나노튜브 성장 단계에서의 다른 공정 조건은, 탄소나노튜브의 성장에 적합한 통상적인 것들이 사용될 수 있으며, 또한, 당업자에 의하여 구체적인 적용목적에 따라 용이하게 선택될 수 있다. 그리하여, 여기에서는, 상기 탄소나노튜브 성장 단계에서의 다른 공정 조건에 대하여 더 이상 자세히 설명하지 않는다.

본 발명의 탄소나노튜브 제조 방법에서는, 앞에서 설명한 바와 같이, 균일한 입자크기를 가지며 또한 기관 위에 균일하게 분포되어 있는 촉매 미립자를 기초로 하여 탄소나노튜브를 성장시키므로, 그 결과 합성된 탄소나노튜브의 균일도 역시 매우 향상된다. 탄소나노튜브의 균일도는, 탄소나노튜브의 길이와 직경의 균일도에 의해 평가된다. 탄소나노튜브의 길이는 전자 현미경에 의해 측정될 수 있으며, 직경은 투과 전자 현미경에 의해 측정될 수 있다.

더우기, 본 발명의 방법으로 제조된 탄소나노튜브의 수직배향성도 매우 우수하다. 이는 도 2의 전자현미경 사진으로부터 확인될 수 있다. 도 2는 본 발명의 일 실시예에서 제조된 탄소나노튜브 군집의 측면을 보여주는 사진이다. 도 2에 나타난 바와 같이, 본 발명의 방법으로 제조된 탄소나노튜브는 엉킴현상을 보이지 않으며, 수직방향으로 잘 배열되어 있다.

도 3은 본 발명의 일 실시예에서 제조된 탄소나노튜브 군집의 표면을 보여주는 사진이다. 도 3으로부터, 본 발명의 방법으로 제조된 탄소나노튜브의 생성밀도는 매우 균일하다.

<실시예>

에탄올을 용매로 사용한 40 mM 농도의 아세트산철 용액을 제조하였다. 아세트산철 분말 0.1 g에 에탄올 20 ml 및 에틸렌 글리콜 20 ml 를 첨가하여 적절한 점도의 용액을 얻었다. 이렇게 얻은 용액을 직경 8 인치의 실리콘 기관 위에 침지법을 이용하여 도포하였다. 코팅된 기관을 즉시 액체질소로 냉각한 후 진공 챔버로 옮긴 다음, 0.1 mmHg 이하의 진공을 가하여 용매를 증발시켰다. 용매의 잔류량을 최소화하기 위하여, 추가적으로, 100°C 에서 상기 기관을 가열하였다.

이와 같이 냉동건조된 기관을, 300 °C의 공기 분위기에서 10 분간 열처리하여, 아세트산철 성분을 산화시켰다. 그 다음에, 600 °C 의 수소 분위기에서 기관을 환원처리하였다.

결과적으로, 기관에는 철(iron) 입자들이 균일하게 형성되었다. 도 1은, 본 실시예에 따라, 실리콘 기관위에 형성된 철 미립자의 전자현미경 사진이다. 도 1을 보면, 철 미립자가 기관 위에 고르게 분포되어 있을 뿐만아니라, 철 미립자의 입자크기가 비교적 균일하다는 것을 알 수 있다.

이와 같은 철 미립자가 형성되어 있는 기관을, 600 °C의 내부온도를 갖는 화학기상증착용 반응챔버에 넣은 후, 상기 반응챔버에 일산화탄소와 수소의 중량비가 1:2 인 혼합기체를 20분간 공급하여, 철 미립자를 기초로한 탄소나노튜브를 합성하였다.

도 2는 본 실시예에서 제조된 탄소나노튜브 군집의 측면을 보여주는 사진이다. 도 2에 나타난 바와 같이, 본 실시예에서 제조된 탄소나노튜브는 엉킴현상을 보이지 않으며, 수직방향으로 잘 배열되어 있다. 도 3은 본 실시예에서 제조된 탄소나노튜브 군집의 표면을 보여주는 사진이다. 도 3으로부터, 본 실시예에서 제조된 탄소나노튜브의 생성밀도가 매우 균일하다는 것을 알 수 있다.

이와 같이 형성된 탄소나노튜브의 균일도를 평가하기 위해, 9 등분된 기관 각각에 대하여, 전자현미경을 이용한 탄소나노튜브의 길이 측정 및, 투과전자현미경을 이용한 탄소나노튜브의 직경 측정을 수행하였다. 그 결과, 9 등분된 기관의 탄소나노튜브는 +/- 5% 이내의 균일도를 갖는다는 것을 확인하였다.

<비교예>

기관 위에 도포된 아세트산철 용액을 냉동건조시키는 대신에 대기 중에서 자연 건조시킨 것을 제외하고는, 상기 실시예와 동일한 방법으로 탄소나노튜브를 합성하였다.

도 4는 비교예에서 제조된 철 미립자를 보여주는 광학현미경 사진이다. 도 5는 도 4의 일부분을 확대한 도면이다. 도 4 및 도 5로부터, 비교예에서 형성된 철 미립자는 매우 불균일하다는 것을 알 수 있다.

도 6은 비교예에서 합성된 탄소나노튜브 군집의 성상을 보여주는 전자현미경 사진이다. 도 6에 나타난 바와 같이, 비교예에서 합성된 탄소나노튜브는 기관 위에 부분적으로 묻쳐있으며, 수직으로 배향되지 않고 엉켜있다.

발명의 효과

본 발명의 촉매 미립자 형성 방법은, 촉매금속 전구체 용액을 냉동건조하므로써, 촉매 미립자 형성 과정에서의 촉매 미립자의 응집 및/또는 재결정을 최소화시킬 수 있다. 그리하여, 본 발명의 방법으로 형성된 촉매 미립자는, 매우 균일한 입자 크기를 가지며, 또한 기관 위에 매우 균일하게 분포된다.

본 발명의 탄소나노튜브 제조 방법에서는, 앞에서 설명한 바와 같이, 균일한 입자크기를 가지며 또한 기관 위에 균일하게 분포되어 있는 촉매 미립자를 기초로 하여 탄소나노튜브를 성장시키므로, 그 결과 합성된 탄소나노튜브의 균일도 역시 매우 향상된다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

촉매금속 전구체 용액을 기관 위에 도포하는 단계;

상기 기관 위에 도포된 촉매금속 전구체 용액을 냉동건조하는 단계; 및

냉동건조된 촉매금속 전구체를 촉매금속으로 환원시키는 단계를 포함하는, 탄소나노튜브 성장의 기초가 되는 촉매 미립자 제조 방법.

청구항 2.

제 1 항에 있어서, 상기 촉매금속 전구체는 유기금속화합물인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 3.

제 2 항에 있어서, 상기 촉매금속 전구체는 Fe, Co, Ni, Y, Mo, Cu, Pt, V 및 Ti 중에서 선택되는 적어도 하나의 금속원자를 함유하는 유기금속화합물인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 4.

제 1 항에 있어서, 상기 용매는 에탄올, 에틸렌글리콜, 폴리에틸렌글리콜, 폴리비닐알콜, 또는 이들의 혼합물인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 5.

제 1 항에 있어서, 상기 촉매금속 전구체 용액 중의 상기 촉매금속 전구체의 농도는 10 mM 내지 200 mM 인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 6.

촉매금속 전구체 용액을 기관 위에 도포한 후, 상기 기관 위에 도포된 촉매금속 전구체 용액을 냉동건조한 다음 냉동건조된 촉매금속 전구체를 촉매금속으로 환원시켜서, 탄소나노튜브 성장의 기초가 되는 촉매 미립자를 기관 위에 형성시키는 단계; 및

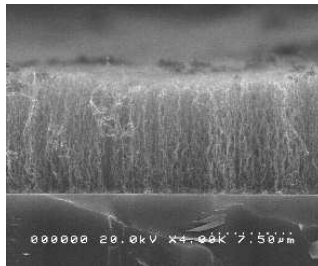
상기 촉매 미립자에 탄소원천을 공급하여, 상기 촉매 미립자 위에 탄소나노튜브를 성장시키는 단계를 포함하는, 탄소나노튜브 제조 방법.

도면

도면1



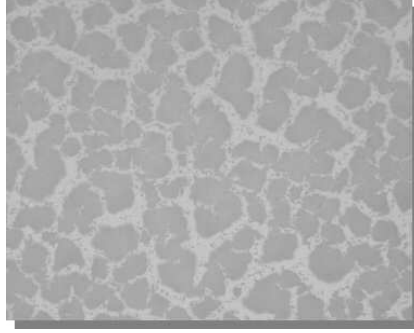
도면2



도면3



도면4



도면5



도면6

