(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0003535
(43) 공개일자 2025년01월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D02G 3/26 (2006.01) *C01B 32/168* (2017.01)
D01F 9/127 (2006.01) *D02G 3/16* (2006.01)
(52) CPC특허분류
D02G 3/26 (2013.01)
C01B 32/168 (2017.08)
(21) 출원번호 10-2024-7032776
(22) 출원일자(국제) 2023년03월29일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2024년09월30일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2023/012782
(87) 국제공개번호 WO 2023/210248
국제공개일자 2023년11월02일
(30) 우선권주장
JP-P-2022-072377 2022년04월26일 일본(JP)

(71) 출원인
린텍 가부시키가이샤
일본 도쿄도 이따바시꾸 혼쵸 23-23
(72) 발명자
하기하라 요시아키
일본 도쿄도 이따바시꾸 혼쵸 23-23 린텍 가부시키가이샤 나이
(74) 대리인
특허법인코리아나

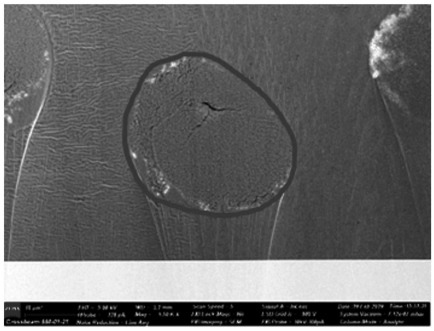
전체 청구항 수 : 총 4 항

(54) 발명의 명칭 **카본 나노튜브 연사의 제조 방법**

(57) 요 약

카본 나노튜브 포레스트의 단부로부터, 카본 나노튜브를 시트상으로 인출하여, 카본 나노튜브 시트를 얻는 공정과, 상기 카본 나노튜브 시트에 꼬임을 가하고, 그 후 꼬임을 되돌리는 가연 공정을 실시하여, 카본 나노튜브 선상체를 얻는 공정과, 상기 카본 나노튜브 선상체에 꼬임을 가하여, 카본 나노튜브 연사를 얻는 공정을 구비하고, 상기 가연 공정에 있어서의 상기 카본 나노튜브 시트에 가연의 꼬임을 가할 때의 꼬임수는, 300 회/m 이상 5000 회/m 이하이고, 상기 카본 나노튜브 연사를 얻는 공정에 있어서의 상기 카본 나노튜브 선상체에 꼬임을 가할 때의 꼬임수는, 900 회/m 이상 5000 회/m 이하인, 카본 나노튜브 연사의 제조 방법.

대 표 도



(52) CPC특허분류
D01F 9/127 (2013.01)
D02G 3/16 (2013.01)
D10B 2101/122 (2013.01)
D10B 2401/063 (2013.01)
D10B 2401/16 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

카본 나노튜브 포레스트의 단부로부터, 카본 나노튜브를 시트상으로 인출하여, 카본 나노튜브 시트를 얻는 공정과,

상기 카본 나노튜브 시트에 꼬임을 가하고, 그 후 꼬임을 되돌리는 가연 공정을 실시하여, 카본 나노튜브 선상체를 얻는 공정과,

상기 카본 나노튜브 선상체에 꼬임을 가하여, 카본 나노튜브 연사를 얻는 공정을 구비하고,

상기 가연 공정에 있어서의 상기 카본 나노튜브 시트에 가연의 꼬임을 가할 때의 꼬임수는, 300 회/m 이상 5000 회/m 이하이고,

상기 카본 나노튜브 연사를 얻는 공정에 있어서의 상기 카본 나노튜브 선상체에 꼬임을 가할 때의 꼬임수는, 900 회/m 이상 5000 회/m 이하인, 카본 나노튜브 연사의 제조 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 카본 나노튜브 연사의 공극률이, 0 % 이상 1 % 이하인, 카본 나노튜브 연사의 제조 방법.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 카본 나노튜브 연사의 전기 전도율이, 6.0×10^{2} S/cm 이상 6.3×10^{5} S/cm 이하인, 카본 나노튜브 연사의 제조 방법.

청구항 4

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 카본 나노튜브 연사의 인장 강도가, 750 ㎫ 이상 5000 ㎫ 이하인, 카본 나노튜브 연사의 제조 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은, 카본 나노튜브 연사의 제조 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 카본 나노튜브는, 역학 특성, 전기 특성, 또는 열 특성 등이 우수하여, 전계 방출형 디스플레이, 또는 도전성 필러 등의 산업으로의 이용이 기대되고 있다. 또, 그 중에서도, 카본 나노튜브의 섬유를 방적한 카본 나노튜브 연사의 이용이 기대되고 있다.

[0003] 카본 나노튜브 연사는, 카본 나노튜브의 기판으로부터 카본 나노튜브를 사상 (絲狀) 으로 인출한 시트에 꼬임을 가하여 제조된다. 그러나, 카본 나노튜브 연사를 제조하는 경우, 카본 나노튜브의 기판으로부터 인출된 카본 나노튜브 시트의 강도는 약하다. 그 때문에, 기판으로부터 인출된 카본 나노튜브에 대해, 강한 꼬임을 가한 경우에는, 섬유가 끊어져 버린다는 문제가 있었다. 또, 이와 같이 하여 제조된 카본 나노튜브로 이루어지는 연사는, 매우 가늘기 때문에, 인장 강도나 전기 전도율이 충분하지 않다는 문제가 있었다. 이와 같은 문제를 해결하기 위해, 예를 들어, 특허문헌 1 에는, 카본 나노튜브를 포함하는 연사에 전자선을 조사하는, 카본 나노튜브 연사의 제조 방법이 기재되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0004] (특허문헌 0001) 일본 공개특허공보 2011-153392호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 그러나, 특허문헌 1 에 기재된 방법에서는, 기판으로부터 인출된 카본 나노튜브 시트의 강도는 약한 채이다. 그 때문에, 기판으로부터 인출된 카본 나노튜브 시트에 대해, 강한 꼬임을 가할 수 없었다. 또, 꼬임이 불충분한 경우에는, 카본 나노튜브 연사의 밀도를 높일 수 없어, 도전성이 저하된다는 문제가 있었다.

[0006] 본 발명의 목적은, 강도 및 도전성이 우수한 카본 나노튜브 연사를 제조할 수 있는 카본 나노튜브 연사의 제조 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0007] [1] 카본 나노튜브 포레스트의 단부로부터, 카본 나노튜브를 시트상으로 인출하여, 카본 나노튜브 시트를 얻는 공정과, 상기 카본 나노튜브 시트에 꼬임을 가하고, 그 후 꼬임을 되돌리는 가연 (假撚) 공정을 실시하여, 카본 나노튜브 선상체를 얻는 공정과, 상기 카본 나노튜브 선상체에 꼬임을 가하여, 카본 나노튜브 연사를 얻는 공정을 구비하고, 상기 가연 공정에 있어서의 상기 카본 나노튜브 시트에 가연의 꼬임을 가할 때의 꼬임수는, 300 회/m 이상 5000 회/m 이하이고, 상기 카본 나노튜브 연사를 얻는 공정에 있어서의 상기 카본 나노튜브 선상체에 꼬임을 가할 때의 꼬임수는, 900 회/m 이상 5000 회/m 이하인, 카본 나노튜브 연사의 제조 방법.

[0008] [2] [1] 에 기재된 카본 나노튜브 연사의 제조 방법에 있어서, 상기 카본 나노튜브 연사의 공극률이, 0 % 이상 1 % 이하인, 카본 나노튜브 연사의 제조 방법.

[0009] [3] [1] 또는 [2] 에 기재된 카본 나노튜브 연사의 제조 방법에 있어서, 상기 카본 나노튜브 연사의 전기 전도율이, 6.0×10^{2} S/㎝ 이상 6.3×10^{5} S/㎝ 이하인, 카본 나노튜브 연사의 제조 방법.

[0010] [4] [1] 내지 [3] 중 어느 하나에 기재된 카본 나노튜브 연사의 제조 방법에 있어서, 상기 카본 나노튜브 연사의 인장 강도가, 750 ㎫ 이상 5000 ㎫ 이하인, 카본 나노튜브 연사의 제조 방법.

발명의 효과

[0011] 본 발명에 의하면, 강도 및 도전성이 우수한 카본 나노튜브 연사를 제조할 수 있는 카본 나노튜브 연사의 제조 방법을 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0012] 도 1 은, 실시예 1 에서 얻어진 카본 나노튜브 연사의 단면을 나타내는 SEM 사진이다.

도 2 는, 비교예 1 에서 얻어진 카본 나노튜브 연사의 단면을 나타내는 SEM 사진이다.

도 3 은, 비교예 4 에서 얻어진 카본 나노튜브 연사의 단면을 나타내는 SEM 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0013] 이하, 본 발명에 대해 실시형태를 예로 들어 설명한다.

[0014] 본 실시형태에 관련된 카본 나노튜브 연사의 제조 방법은, 카본 나노튜브 포레스트의 단부로부터, 카본 나노튜브를 시트상으로 인출하여, 카본 나노튜브 시트를 얻는 공정 (인출 공정) 과, 상기 카본 나노튜브 시트에 꼬임을 가하고, 그 후 꼬임을 되돌리는 가연 공정을 실시하여, 카본 나노튜브 선상체를 얻는 공정 (가연 공정) 과, 상기 카본 나노튜브 선상체에 꼬임을 가하여, 카본 나노튜브 연사를 얻는 공정 (본연 (本撚) 공정) 을 구비하는 방법이다.

[0015] 본 실시형태에 있어서는, 카본 나노튜브 시트에 대해, 꼬임을 가하고, 그 후 꼬임을 되돌리는 가연 공정을 실시하고 있다. 이로써, 본연 공정 전의 카본 나노튜브 선상체의 강도를 높일 수 있다. 그 때문에, 본연 공정에 있어서, 카본 나노튜브 선상체에 대해, 강한 꼬임을 가해도, 섬유가 절단되는 것을 방지할 수 있다. 그리고, 본 실시형태에 의하면, 꼬임이 충분한 카본 나노튜브 연사를 제조할 수 있어, 강도 및 도전성이 우수한 카본 나노튜브 연사를 제조할 수 있다.

[0016] (인출 공정)

[0017] 인출 공정에 있어서는, 먼저, 카본 나노튜브 포레스트를 준비한다.

[0018] 카본 나노튜브 포레스트는, 예를 들어, 화학 기상 성장법, 또는 공기 중에서 면상으로 성장시키는 방법 등으로 제조할 수 있다. 이들 중에서, 얻어지는 카본 나노튜브로서의 품질의 관점에서, 화학 기상 성장법을 사용하여 카본 나노튜브를 제조하는 것이 바람직하다. 카본 나노튜브 포레스트로는, 기판 상에 화학 기상 성장시킨 카본 나노튜브 집합체를 들 수 있다.

[0019] 기판으로는, 적절히 공지된 것을 사용할 수 있다. 예를 들어, 플라스틱 기판, 유리 기판, 실리콘 기판, 철, 및 구리 등의 금속 또는 이들의 합금을 포함하는 금속 기판 등을 사용할 수 있다. 이들 기판의 표면에는, 이산화규소막이 적층되어 있어도 된다.

[0020] 기판 상에 화학 기상 성장시키는 카본 나노튜브는, 단층 카본 나노튜브, 2 층 카본 나노튜브, 또는 다층의 카본 나노튜브 중 어느 것이어도 되고, 이들의 혼합물이어도 된다.

[0021] 카본 나노튜브 집합체의 형태는, 특별히 한정되는 것은 아니지만, 용이하게 카본 나노튜브 연사를 형성하기 쉽다는 관점에서, 기판 상에 고밀도 또한 고배향으로 형성된 집합체인 것이 바람직하다. 또한, 기판 상의 카본 나노튜브의 부피 밀도는, 20 mg/㎤ 이상인 것이 바람직하다. 부피 밀도가 20 mg/㎤ 이상이면, 인출 특성을 향상시킬 수 있다. 고배향이란, 카본 나노튜브끼리가 인접하면서 기판 평면에 대해 수직 배향되어 있는 것을 의미한다.

[0022] 카본 나노튜브 집합체에 있어서의 카본 나노튜브의 높이 (길이) 는, 평균으로 100 ㎛ 이상인 것이 바람직하고, 150 ㎛ 이상인 것이 바람직하다. 카본 나노튜브 집합체에 있어서의 카본 나노튜브의 층수는, 1 층 이상이면 되고, 1 층 이상 40 층 이하인 것이 바람직하다.

[0023] 인출 공정에 있어서는, 다음으로, 카본 나노튜브 포레스트의 단부로부터, 카본 나노튜브를 시트상으로 인출하여, 카본 나노튜브 시트를 얻는다.

[0024] 카본 나노튜브 시트는, 공지된 인출구를 사용하여 인출할 수 있다.

[0025] 여기서, 카본 나노튜브 시트의 폭은, 20 ㎜ 이상 200 ㎜ 이하인 것이 바람직하고, 25 ㎜ 이상 100 ㎜ 이하인 것이 보다 바람직하다.

[0026] (가연 공정)

[0027] 가연 공정에 있어서는, 인출 공정에서 얻어진 카본 나노튜브 시트에 꼬임을 가하고, 그 후 꼬임을 되돌리는 가연 공정을 실시하여, 카본 나노튜브 선상체를 얻는다.

[0028] 카본 나노튜브 시트에 꼬임을 가하는 방법으로는, 공지된 방법을 채용할 수 있다. 예를 들어, 카본 나노튜브 시트를 파지한 롤러 등을 회전시켜, 꼬임을 가할 수 있다. 또, 카본 나노튜브 시트를, 롤러 등에 감아 넣음으로써, 꼬임을 가해도 된다.

[0029] 꼬임이 가해진 카본 나노튜브 시트의 꼬임을 되돌리는 방법으로는, 공지된 방법을 채용할 수 있다. 예를 들어, 꼬임이 가해진 카본 나노튜브 시트를 파지한 롤러 등을, 꼬임을 가했을 때의 역방향으로 회전시켜, 꼬임을 되돌릴 수 있다. 또, 꼬임이 가해진 카본 나노튜브 시트를, 감아 넣은 롤러 등으로부터 되돌림으로써, 꼬임을 되돌려도 된다. 즉, 롤러 등으로 꼬임을 가한 경우, 예를 들어 롤러가 오른쪽으로 꼬임을 가하면, 출구측은 자연히 왼쪽 꼬임이 되어 제로 (꼬임 없음) 로 되돌아간다. 또한, 자연히 꼬임이 되돌아가는 데에 충분한 패스 라인을 확보하는 것이 바람직하다.

[0030] 가연 공정에 있어서의 카본 나노튜브 시트에 가연의 꼬임을 가할 때의 꼬임수는, 300 회/m 이상 5000 회/m 이하인 것이 필요하고, 500 회/m 이상 5000 회/m 이하인 것이 바람직하고, 700 회/m 이상 5000 회/m 이하인 것이 보다 바람직하다.

[0031] 가연의 꼬임이 가해진 카본 나노튜브 시트의 꼬임을 되돌릴 때의 꼬임수는, 300 회/m 이상 5000 회/m 이하인 것이 바람직하고, 500 회/m 이상 5000 회/m 이하인 것이 보다 바람직하고, 700 회/m 이상 5000 회/m 이하인 것이 더욱 바람직하다.

[0032] 상기의 꼬임수가, 상기 범위 내이면, 카본 나노튜브 선상체의 강도를 높일 수 있다.

[0033] (본연 공정)

[0034] 본연 공정에 있어서는, 가연 공정에서 얻어진 카본 나노튜브 선상체에 꼬임을 가하여, 카본 나노튜브 연사를 얻는다.

[0035] 카본 나노튜브 시트 선상체에 꼬임을 가하는 방법으로는, 공지된 방법을 채용할 수 있다. 예를 들어, 카본 나노튜브 선상체를 파지한 롤러 등을 회전시켜, 꼬임을 가할 수 있다.

[0036] 또한, 본연 공정에 있어서는, 꼬임을 가한 카본 나노튜브 연사를, 보빈에 권취한다. 이 때, 카본 나노튜브 연사는 인장되게 되는데, 가연 공정에서 카본 나노튜브 선상체의 강도가 향상되어 있기 때문에, 카본 나노튜브 선상체가 절단되는 것을 방지할 수 있다.

[0037] 카본 나노튜브 선상체에 꼬임을 가할 때의 꼬임수는, 900 회/m 이상 5000 회/m 이하인 것이 필요하고, 1000 회/m 이상 3000 회/m 이하인 것이 보다 바람직하고, 1000 회/m 이상 2000 회/m 이하가 더욱 바람직하다.

[0038] (카본 나노튜브 연사)

[0039] 이상과 같이 하여, 본 실시형태에 관련된 카본 나노튜브 연사가 얻어진다. 그리고, 얻어지는 카본 나노튜브 연사는, 다음과 같은 조건을 만족하는 것인 것이 바람직하다.

[0040] 카본 나노튜브 연사의 직경은, 카본 나노튜브 연사의 강도 및 핸들링성의 관점에서, 1 ㎛ 이상 1000 ㎛ 이하인 것이 바람직하고, 15 ㎛ 이상 100 ㎛ 이하인 것이 보다 바람직하고, 25 ㎛ 이상 75 ㎛ 이하인 것이 더욱 바람직하다.

[0041] 카본 나노튜브 연사의 꼬임 각도는, 카본 나노튜브 연사의 강도의 관점에서, 8° 이상 50° 이하인 것이 바람직하고, 10° 이상 30° 이하인 것이 보다 바람직하다. 이 꼬임 각도는, 카본 나노튜브 선상체에 꼬임을 가할 때의 꼬임수에 의해 조정할 수 있다. 또, 본연 공정 후에, 꼬임 각도가 상기의 범위 내가 되도록, 꼬임을 되돌려도 된다.

[0042] 카본 나노튜브 연사의 공극률은, 0 % 이상 1 % 이하인 것이 바람직하고, 0 % 이상 0.5 % 이하인 것이 보다 바람직하다. 이 공극률이 상기 범위 내이면, 카본 나노튜브 연사의 강도 및 도전성을 향상시킬 수 있다.

[0043] 카본 나노튜브 연사의 공극률은, 주사형 전자 현미경 (SEM) 사진의 화상 해석을 실시함으로써 측정할 수 있다.

[0044] 구체적으로는, SEM 으로 카본 나노튜브 연사의 단면 관찰을 실시하고, 카본 나노튜브의 부분과 공극의 부분을 2 치화함으로써, 공극률을 산출할 수 있다.

[0045] 공극률 [%] = (공극 부분의 면적/카본 나노튜브 연사의 단면적) × 100

[0046] 카본 나노튜브 연사의 전기 전도율은, 카본 나노튜브 연사의 도전성의 관점에서, 6.0×10^{2} S/㎝ 이상 6.3×10^{5} S/㎝ 이하인 것이 바람직하다.

[0047] 카본 나노튜브 연사의 전기 전도율은, 카본 나노튜브 연사의 직경 (㎛) 과, 선 저항 (Ω/㎝) 을 측정하고, 단면적당의 전기 전도율로 환산함으로써 산출할 수 있다.

[0048] 카본 나노튜브 연사의 인장 강도는, 카본 나노튜브 연사의 강도의 관점에서, 750 ㎫ 이상 5000 ㎫ 이하인 것이 바람직하고, 1000 ㎫ 이상 5000 ㎫ 이하인 것이 보다 바람직하다.

[0049] 카본 나노튜브 연사의 인장 강도는, JIS L1095 에 기재된 방법으로 측정할 수 있다.

[0050] (실시형태의 변형)

[0051] 본 발명은 전술한 실시형태에 한정되지 않고, 본 발명의 목적을 달성할 수 있는 범위에서의 변형, 개량 등은 본 발명에 포함된다.

[0052] 실시예

[0053] 이하, 본 발명을, 실시예를 들어 더욱 구체적으로 설명한다. 단, 이들 각 실시예는, 본 발명을 제한하는 것은 아니다.

[0054] [실시예 1]

[0055] 카본 나노튜브 포레스트 상에 폭 33 ㎜ 가 되도록 절입을 넣고, 그 단부로부터, 카본 나노튜브 포레스트의 평행 방향으로부터의 어긋남이 10° 이내인 방향으로, 카본 나노튜브를 시트상 (폭 : 33 ㎜) 으로 인출하여, 카본 나노튜브 시트를 얻었다. 다음으로, 얻어진 카본 나노튜브 시트를, 가이드를 사용하여 사상으로 묶고, 사상의 카본 나노튜브에 꼬임을 가하고 (꼬임수 : 1000 회/m), 그 후 꼬임을 되돌리는 (자연히 되돌아가는) 가연 공정을 실시하여, 카본 나노튜브 선상체를 얻었다. 이어서, 얻어진 카본 나노튜브 선상체에 꼬임을 가하고 (꼬임수 : 1200 회/m), 보빈에 권취하여, 카본 나노튜브 연사를 얻었다.

[0056] [비교예 1]

[0057] 카본 나노튜브 포레스트 상에 폭 33 ㎜ 가 되도록 절입을 넣고, 그 단부로부터, 카본 나노튜브 포레스트의 평행 방향으로부터의 어긋남이 10° 이내인 방향으로, 카본 나노튜브를 시트상 (폭 : 33 ㎜) 으로 인출하여, 카본 나노튜브 시트를 얻었다. 다음으로, 얻어진 카본 나노튜브 시트를, 가이드를 사용하여 사상으로 묶고, 사상의 카본 나노튜브에 꼬임을 가하고 (꼬임수 : 1000 회/m), 그 후 꼬임을 되돌려 (자연히 되돌려), 카본 나노튜브사를 얻었다.

[0058] [비교예 2]

[0059] 카본 나노튜브 포레스트 상에 폭 33 ㎜ 가 되도록 절입을 넣고, 그 단부로부터, 카본 나노튜브 포레스트의 평행 방향으로부터의 어긋남이 10° 이내인 방향으로, 카본 나노튜브를 시트상 (폭 : 33 ㎜) 으로 인출하여, 카본 나노튜브 시트를 얻었다. 다음으로, 얻어진 카본 나노튜브 시트를, 가이드를 사용하여 사상으로 묶고, 사상의 카본 나노튜브에 꼬임을 가하고 (꼬임수 : 1200 회/m), 보빈에 권취하였다. 이 때, 카본 나노튜브 연사가 절단되어 버려, 카본 나노튜브 연사를 제조할 수 없었다.

[0060] [비교예 3]

[0061] 카본 나노튜브 포레스트 상에 폭 33 ㎜ 가 되도록 절입을 넣고, 그 단부로부터, 카본 나노튜브 포레스트의 평행 방향으로부터의 어긋남이 10° 이내인 방향으로, 카본 나노튜브를 시트상 (폭 : 33 ㎜) 으로 인출하여, 카본 나노튜브 시트를 얻었다. 다음으로, 얻어진 카본 나노튜브 시트를, 가이드를 사용하여 사상으로 묶어, 사상의 카본 나노튜브를 얻었다.

[0062] [비교예 4]

[0063] 카본 나노튜브 포레스트 상에 폭 33 ㎜ 가 되도록 절입을 넣고, 그 단부로부터, 카본 나노튜브 포레스트의 평행 방향으로부터의 어긋남이 10° 이내인 방향으로, 카본 나노튜브를 시트상 (폭 : 33 ㎜) 으로 인출하여, 카본 나노튜브 시트를 얻었다. 다음으로, 얻어진 카본 나노튜브 시트를, 가이드를 사용하여 사상으로 묶고, 사상의 카본 나노튜브에 꼬임을 가하고 (꼬임수 : 1000 회/m), 그 후 꼬임을 되돌리는 (자연히 되돌아가는) 가연 공정을 실시하여, 카본 나노튜브 선상체를 얻었다. 이어서, 얻어진 카본 나노튜브 선상체에 꼬임을 가하고 (꼬임수 : 800 회/m), 보빈에 권취하여, 카본 나노튜브 연사를 얻었다.

[0064] [비교예 5]

[0065] 카본 나노튜브 포레스트 상에 폭 33 ㎜ 가 되도록 절입을 넣고, 그 단부로부터, 카본 나노튜브 포레스트의 평행 방향으로부터의 어긋남이 10° 이내인 방향으로, 카본 나노튜브를 시트상 (폭 : 33 ㎜) 으로 인출하여, 카본 나노튜브 시트를 얻었다. 다음으로, 얻어진 카본 나노튜브 시트를, 가이드를 사용하여 사상으로 묶고, 사상의 카본 나노튜브에 꼬임을 가하고 (꼬임수 : 250 회/m), 그 후 꼬임을 되돌리는 (자연히 되돌아가는) 가연 공정을 실시하여, 카본 나노튜브 선상체를 얻었다. 이어서, 얻어진 카본 나노튜브 선상체에 꼬임을 가하고 (꼬임수 : 1200 회/m), 보빈에 권취하였다. 이 때, 카본 나노튜브 연사가 절단되어 버려, 카본 나노튜브 연사를 제조할 수 없었다.

[0066] [카본 나노튜브사의 평가]

[0067] 실시예 및 비교예에서 얻어진 카본 나노튜브사에 대해, 이하와 같은 평가 (공극률, 전기 전도율, 및 인장 강도) 를 실시하였다. 얻어진 결과를 표 1 에 나타낸다. 또한, 비교예 2 및 5 에서는, 카본 나노튜브 연사를

제조할 수 없었으므로, 평가를 실시하지 않았다. 또, 비교예 3 에서는, 공극률의 평가는 실시하지 않았다.

[0068] (1) 공극률

[0069] 카본 나노튜브 연사의 공극률은, SEM 사진의 화상 해석을 실시함으로써 측정하였다. 구체적으로는, SEM 으로 카본 나노튜브 연사의 단면 관찰을 실시하고, 카본 나노튜브의 부분과 공극의 부분을 2 치화함으로써, 공극률을 산출하였다. 또한, 실시예 1, 비교예 1 및 4 에서 얻어진 카본 나노튜브 연사의 단면의 SEM 사진을, 각각 도 1, 도 2, 및 도 3 에 나타낸다.

[0070] 공극률 [%] = (공극 부분의 면적/카본 나노튜브 연사의 단면적) × 100

[0071] 또한, 2 치화는, 구체적으로는, 다음과 같은 방법으로 실시하였다. 즉, 먼저, SEM 사진의 화상으로부터, 실의 단면적 부분을 트리밍하였다. 다음으로, 명암, 콘트라스트, 중간 톤 조정에 의해, 단면적 부분과, 구멍 면적 부분을 분리하였다. 이어서, 단면적 부분과, 구멍 면적 부분에 대해, 2 치화 소프트웨어에 의한 픽셀 수 카운트를 실시하여, 카본 나노튜브 연사의 단면적과, 공극 부분의 면적을, 각각 산출하였다.

[0072] (2) 전기 전도율

[0073] 카본 나노튜브 연사의 전기 전도율은, 카본 나노튜브 연사의 직경 (㎛) 과, 선 저항 (Ω/㎝) 을 측정하고, 단면적당의 전기 전도율로 환산함으로써 산출하였다.

[0074] (3) 인장 강도

[0075] JIS L1095 에 기재된 방법에 준거한 방법으로 인장 강도를 측정하였다.

표 1

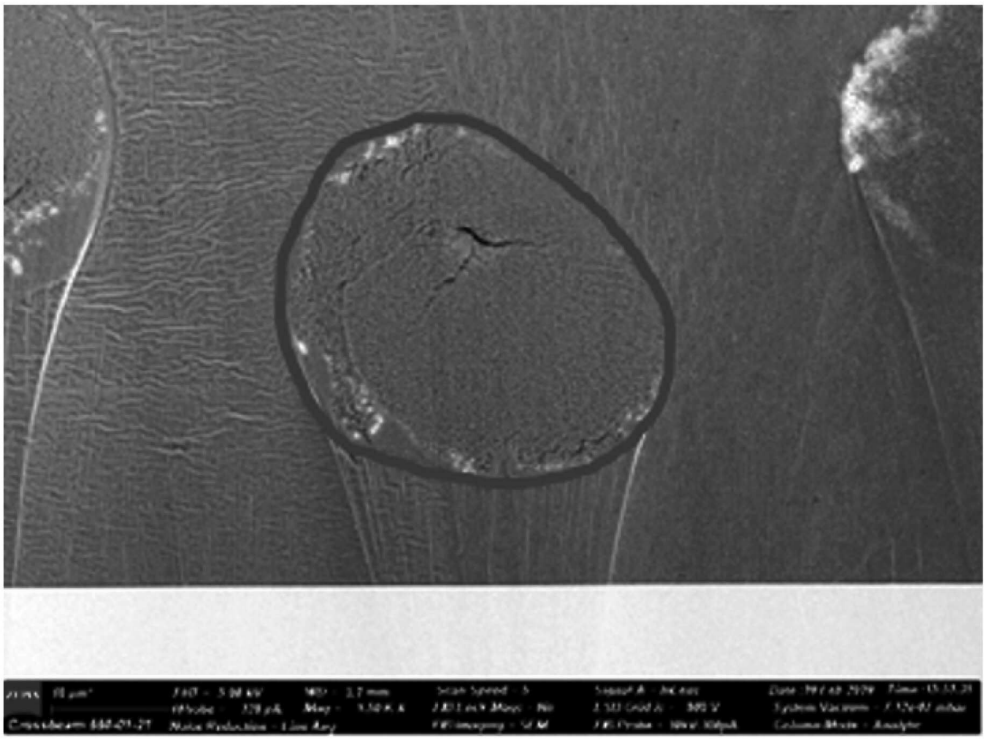
[0076]

	공극률 (%)	전기 전도율 (S/cm)	인장 강도 (MPa)
실시예 1	0.11	957	1348
비교예 1	3.14	564	949
비교예 2	—	—	—
비교예 3	—	76	80
비교예 4	1.87	372	623
비교예 5	—	—	—

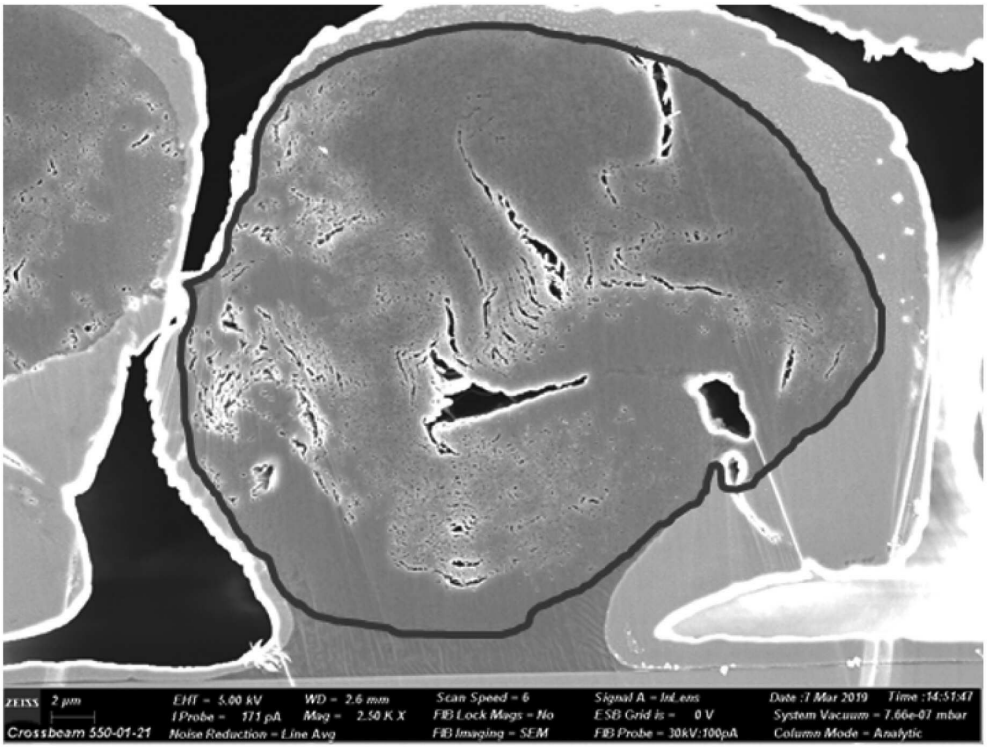
[0077] 이상과 같이, 실시예 1 에서 얻어진 카본 나노튜브 연사는, 비교예 1 에서 얻어진 카본 나노튜브사와 비교하여, 공극률이 낮은 것, 그리고, 전기 전도율 및 인장 강도가 높은 것을 알 수 있었다. 이 점에서, 본 발명에 의하면, 강도 및 도전성이 우수한 카본 나노튜브 연사가 얻어지는 것이 확인되었다.

도면

도면1



도면2


ZEISS 2 µm
EHT = 5.00 kV
WD = 2.6 mm
Scan Speed = 6
Signal A = InLens
Date :1 Mar 2019
Time :14:51:41
I Probe = 171 pA
Mag = 2.50 K X
FIB Lock Mags = No
ESB Grid is = 0 V
System Vacuum = 7.66e-07 mbar
Crossbeam 550-01-21
Noise Reduction = Line Avg
FIB Imaging = SEM
FIB Probe = 30kV:100pA
Column Mode = Analytic

도면3

