



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2011-0109730
(43) 공개일자 2011년10월06일

(51) Int. Cl.

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

(21) 출원번호 10-2010-0029581

(22) 출원일자 2010년03월31일

심사청구일자 2010년03월31일

(71) 출원인

세종대학교산학협력단

서울 광진구 군자동 98 세종대학교

(72) 발명자

서영수

서울특별시 노원구 상계동 주공아파트 122동 701호

정우람

서울특별시 광진구 군자동 373-5번지

최진혁

충청남도 서산시 석림동 한성필하우스아파트 101동 801호

(74) 대리인

특허법인엠에이피에스

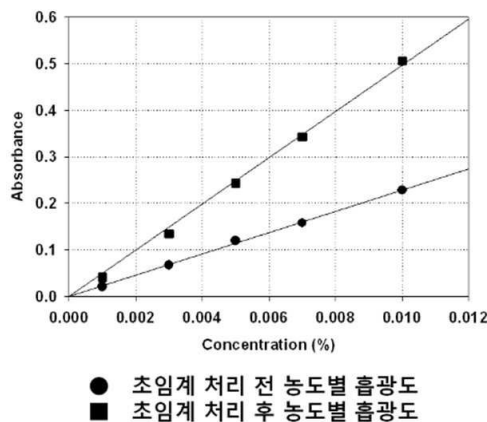
전체 청구항 수 : 총 35 항

(54) 탄소나노튜브의 정제 방법, 탄소나노튜브의 분산 방법, 및 탄소나노튜브 정제 또는 분산 처리 장치

(57) 요약

본원은, 초임계 유체를 이용하여 탄소나노튜브 고유의 우수한 특성을 변화시키지 않고 탄소나노튜브에 포함되어 있는 다양한 불순물들을 용이하고 효과적으로 제거하여 고순도 탄소나노튜브를 높은 수율로 얻을 수 있는 탄소나노튜브의 정제 방법 및 탄소나노튜브의 용이하고 효과적인 분산 방법에 관한 것이다.

대표도 - 도6



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2009-0073995

부처명 교과부 (한국연구재단)

연구관리전문기관

연구사업명 기초연구사업

연구과제명 밀도요동에 의한 탄소나노튜브내 상호작용 조절을 통한 정제 연구

기여율

주관기관 세종대학교

연구기간 2009년 05월 01일 ~ 2010년 04월 30일

특허청구의 범위

청구항 1

불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 반응조에 주입하고;
초임계 유체를 상기 반응조 내로 주입하여 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하고;
상기 반응조를 냉각 및 해압하여 상기 초임계 유체와 접촉되어 처리된 탄소나노튜브를 수득하는 것;
을 포함하는, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,
상기 초임계 유체는 초임계 용매를 포함하는 것인, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,
상기 초임계 유체는 초임계 용매를 포함하는 것인, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 4

제 3 항에 있어서,
상기 초임계 용매는 초임계 에틸렌, 초임계 프로필렌, 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 것을 추가 포함하는 것인, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,
상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하기 전에, 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 보조 용매와 접촉시켜 전처리하는 것을 추가 포함하는, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서,
상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하기 전에, 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 계면활성제-함유 용액과 접촉시켜 전처리하는 것을 추가 포함하는, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서,
상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하기 전에, 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 묽은 산 용액으로 전처리하는 것을 추가 포함하는, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 8

제 2 항에 있어서,

상기 초임계 유체는 상기 초임계 용매에 추가하여 보조 용매 또는 계면활성제-함유 용액, 또는 이들의 조합을 포함하는 초임계 혼합물인, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 9

제 8 항에 있어서,

상기 초임계 혼합물에 의해 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 처리하기 전에, 상기 초임계 용매에 의하여 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 전처리하는 것을 추가 포함하는, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 10

제 1 항 내지 제 9 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 초임계 유체는 첨가제로서 에틸렌 디아민 테트라아세트산 (Ethylene diamine tetraacetic acid: EDTA)을 추가 포함하는 것인, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 11

제 1 항에 있어서,

상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리함으로써 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브의 분산성을 향상시키고 동시에 상기 탄소나노튜브에 포함된 불순물이 추출 제거되는 것인, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 12

제 1 항에 있어서,

상기 반응조의 온도는 30℃ 내지 140℃이고 압력은 40 기압 내지 140 기압인, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 13

제 1 항에 있어서,

상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브는 단일벽 탄소나노튜브 또는 다중벽 탄소나노튜브인, 탄소나노튜브의 정제방법.

청구항 14

제 1 항에 있어서,

상기 반응조에 주입되는 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브에 포함된 불순물은 잔존하는 촉매, 미량 귀금속, 할로겐 원소, 무정형 탄소질 및 이들의 조합에서 선택되는 것을 포함하는 것인, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 15

제 14 항에 있어서,
상기 불순물이 나노입자 형태인, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 16

제 14 항에 있어서,
상기 탄소나노튜브에 포함된 불순물로서 함유된 상기 촉매가 전이 금속 또는 전형 금속을 포함하는 것인, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 17

제 5 항 또는 제 8 항에 있어서,
상기 보조용매가 수계 용매, 유기계 용매, 또는 수계-유기계 혼합 용매를 포함하는 것인, 탄소나노튜브의 분산 방법.

청구항 18

제 1 항에 있어서,
상기 불순물을 포함하는 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하는 것은, 상기 반응조로부터 상기 초임계 유체를 연속적으로 또는 주기적으로 배출하는 것을 포함하는 것인, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 19

탄소나노튜브를 반응조에 주입하고;
상기 반응조 내로 초임계 유체 용매를 주입하여 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체 용매와 접촉시켜 처리하고;
상기 반응조를 냉각 및 해압하여 상기 초임계 유체와 접촉되어 처리된 탄소나노튜브를 수득하고;
상기 수득된 탄소나노튜브를 분산 용매에 분산시키는 것;
을 포함하는, 탄소나노튜브의 분산 방법.

청구항 20

제 19 항에 있어서,
상기 초임계 유체는 초임계 용매를 포함하는 것인, 탄소나노튜브의 분산 방법.

청구항 21

제 20 항에 있어서,
상기 초임계 용매는 초임계 에탄을 포함하는 것인, 탄소나노튜브의 분산 방법.

청구항 22

제 21 항에 있어서,

상기 초임계 용매는 초임계 에틸렌, 초임계 프로필렌, 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 것을 추가 포함하는 것인, 탄소나노튜브의 분산 방법.

청구항 23

제 19 항에 있어서,

상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하기 전에, 상기 탄소나노튜브를 보조 용매와 접촉시켜 전처리하는 것을 추가 포함하는, 탄소나노튜브의 분산 방법.

청구항 24

제 19 항에 있어서,

상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하기 전에, 상기 탄소나노튜브를 계면활성제-함유 용액과 접촉시켜 전처리하는 것을 추가 포함하는, 탄소나노튜브의 분산 방법.

청구항 25

제 19 항에 있어서,

상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하기 전에, 상기 탄소나노튜브를 묽은 산 용액으로 전처리하는 것을 추가 포함하는, 탄소나노튜브의 분산 방법.

청구항 26

제 20 항에 있어서,

상기 초임계 유체는 상기 초임계 용매에 추가하여 보조 용매 또는 계면활성제-함유 용액, 또는 이들의 조합을 포함하는 초임계 혼합물인, 탄소나노튜브의 분산 방법.

청구항 27

제 26 항에 있어서,

상기 초임계 혼합물에 의해 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 처리하기 전에, 상기 초임계 용매에 의하여 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 전처리하는 것을 추가 포함하는, 탄소나노튜브의 정제 방법.

청구항 28

제 19 항 내지 제 27 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 초임계 유체는 첨가제로서 에틸렌 디아민 테트라아세트산 (Ethylene diamine tetraacetic acid: EDTA)을 추가 포함하는 것인, 탄소나노튜브의 분산 방법.

청구항 29

제 19 항에 있어서,

상기 수득된 탄소나노튜브를 분산 용매에 분산시킨 후 초음파 처리하는 것을 추가 포함하는, 탄소나노튜브의 분산 방법.

청구항 30

제 19 항에 있어서,

상기 반응조의 온도는 각각 30℃ 내지 140℃이고 압력은 40 기압 내지 140 기압인, 탄소나노튜브의 분산 방법.

청구항 31

제 19 항에 있어서,

상기 탄소나노튜브는 단일벽 탄소나노튜브 또는 다중벽 탄소나노튜브인, 탄소나노튜브의 분산 방법.

청구항 32

제 19 항에 있어서,

상기 보조용매가 수계 용매, 유기계 용매, 또는 수계-유기계 혼합 용매를 포함하는 것인, 탄소나노튜브의 분산 방법.

청구항 33

제 19 항에 있어서,

상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하는 것은, 상기 반응조로부터 상기 초임계 유체를 연속적으로 또는 주기적으로 배출하는 것을 포함하는 것인, 탄소나노튜브의 분산 방법.

청구항 34

초임계 유체를 형성하는 예비혼합조;

상기 예비혼합조로부터 공급되는 상기 초임계 유체에 의한 탄소나노튜브의 처리가 수행되는 반응조;

상기 반응조에 연결되며, 상기 반응조로부터 상기 탄소나노튜브의 처리에 사용된 상기 초임계 유체가 배출되는 분리조; 및

상기 반응조 및 상기 분리조의 연결부에 위치하여 상기 초임계 유체가 상기 반응조로부터 배출되도록 조절하는 압력조절장치;

를 포함하는, 탄소나노튜브 정제 또는 분산 처리 장치.

청구항 35

제 34 항에 있어서,

상기 압력조절장치에 의하여 상기 초임계 유체가 상기 반응조로부터 연속적으로 또는 주기적으로 배출되도록 조절되는, 탄소나노튜브 정제 또는 분산 처리 장치.

명세서

기술 분야

[0001] 본원은, 초임계 유체 처리를 이용함으로써, 탄소나노튜브 고유의 우수한 특성을 변화시키지 않고 탄소나노튜브에 포함되어 있는 다양한 불순물들을 용이하고 효과적으로 제거하는 탄소나노튜브의 정제 방법, 탄소나노튜브를 용이하고 효과적으로 분산하는 방법, 및 탄소나노튜브의 정제 또는 분산 처리 장치에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 탄소나노튜브는 다양한 응용 가능성으로 인해 최근 십년간 가장 활발히 연구되고 있는 물질이다. 탄소나노튜브는 우수한 전기/전자적인 특성, 낮은 열팽창성, 높은 열전도성, 매우 높은 기계적 강도 등을 가지고 있어 다양한 분야에 적용 가능성이 기대되고 있다. 그 예로서, 실리콘 반도체를 대체할 수 있는 소자, 전계 방출 표시 소자, 전극, 초고용량 캐패시터 등 전기/전자 소자, 고기능/고강도의 고분자 또는 세라믹 나노복합체, 우수한 기체 흡착성으로 인한 수소저장매체, 가스센서, 나노담체 등의 분야에서도 그 응용 가능성을 보여주고 있다.

[0003] 탄소나노튜브는 금속성 촉매를 이용하여 화학기상증착 (CVD: Chemical Vapor Deposition) 등의 방법으로 합성되는데, 탄소나노튜브의 우수한 물리적 특성을 최대한 유지하여 응용되기 위해서는, 합성 시에 포함되어진 금속성 촉매 잔유물과 무정형탄소 등의 불순물 제거와 반데르바알스 힘으로 결합되어진 탄소나노튜브 사이의 물리적인 결합을 떼어내는 과정이 필요하다. 전자의 탄소나노튜브 정제의 경우, 대표적인 방법으로서 산 처리에 의한 Ni, Co, Cu, Fe 또는 Pd 등 잔류 금속성 촉매 화합물과 무정형 탄소 (amorphous carbon) 등의 제거를 들 수 있는데, 이때 나노튜브가 절단되어 길이가 짧아지거나 표면이 산화되어 전기적, 기계적 특성이 저하되는 문제점이 대두되어 있다. 후자의 탄소나노튜브 분산의 경우, 다양한 종류의 계면활성제를 사용한 탄소나노튜브 분산이 시도되고 있으나 완벽하게 분산되어진 경우가 드물어 용액 속 분산된 양이 아직 소량이며 더욱이 이온결합이나 공유결합성 분산의 경우 제거가 어려워 용도에 따라 잔류 계면활성제에 의해 중요한 기능이 손상되는 결과를 가져오고 있다. 또한 계면활성제나 유기용매를 사용하여 고체 분말의 형태를 갖는 탄소나노튜브를 액상 용액에 분산할 때 통상적으로 사용하는 초음파 처리의 경우, 고분산을 위해 초음파처리를 하게되는데 이때 탄소나노튜브가 절단되어 길이가 짧아지거나 표면에 화학적인 결합이 생기는 것으로 알려져 있다.

[0004] 이상에서 본 바와 같이 탄소나노튜브 고유의 우수한 특성을 변화시키지 않고 전기, 전자 소자나 나노복합체를 개발하기 위해서는 탄소나노튜브의 화학적, 구조적 결합을 최소화하는 새로운 정제 및 분산 기술 개발이 요구되고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 상기한 종래 기술의 문제점을 해결하기 위하여, 본원은, 초임계 유체를 이용하여 탄소나노튜브 고유의 우수한 특성을 변화시키지 않고 탄소나노튜브에 포함되어 있는 다양한 불순물들을 용이하고 효과적으로 제거하는 탄소나노튜브의 정제 방법, 탄소나노튜브를 용이하고 효과적으로 분산하는 방법, 및 탄소나노튜브의 정제 또는 분산 처리 장치를 제공하고자 한다.

[0006] 그러나, 본원이 해결하고자 하는 과제는 이상에서 언급한 과제로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

[0007] 상기 과제를 달성하기 위하여, 본원의 일 측면은, 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 반응조에 주입하고; 초임계 유체를 상기 반응조 내로 주입하여 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하고; 상기 반응조를 냉각 및 해압하여 상기 초임계 유체와 접촉되어 처리된 탄소나노튜브를 수득하는 것:을 포함하는, 탄소나노튜브의 정제 방법을 제공한다.

[0008] 본원의 다른 측면은, 탄소나노튜브를 반응조에 주입하고; 상기 반응조 내로 초임계 유체를 주입하여 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하고; 상기 반응조를 냉각 및 해압하여 상기 초임계 유체와 접촉되어 처리된 탄소나노튜브를 수득하고; 상기 수득된 탄소나노튜브를 분산 용매에 분산시키는 것:을 포함하는, 탄소나노튜브의 분산 방법을 제공한다.

[0009] 본원의 또 다른 측면은, 하기를 포함하는, 탄소나노튜브 정제 또는 분산 처리 장치를 제공한다:

- [0010] 초임계 유체를 형성하는 예비혼합조;
- [0011] 상기 예비혼합조로부터 공급되는 상기 초임계 유체에 의한 탄소나노튜브의 처리가 수행되는 반응조;
- [0012] 상기 반응조에 연결되며, 상기 반응조로부터 상기 탄소나노튜브의 처리에 사용된 상기 초임계 유체가 배출되는 분리조; 및
- [0013] 상기 반응조 및 상기 분리조의 연결부에 위치하여 상기 초임계 유체가 상기 반응조로부터 배출되도록 조절하는 압력조절장치.

발명의 효과

- [0014] 본원에 의하여, 효과적이고 용이하게 많은 양의 탄소나노튜브를 분산 및 정제할 수 있다. 즉, 본원에 의하여 탄소나노튜브 고유의 우수한 특성을 변화시키지 않고 전기, 전자 소자나 나노복합체를 개발하기 위해서는 탄소나노튜브의 화학적, 구조적 결함을 최소화하는 새로운 정제 방법 및 분산 방법이 제공된다. 본원에 따라, 탄소나노튜브 고유의 우수한 특성을 변화시키지 않고 탄소나노튜브에 포함되어 있는 다양한 불순물들을 효과적으로 제거하여 탄소나노튜브의 순도를 높일 수 있다. 또한, 본원에 의하여, 초임계 유체 장치를 이용하여 탄소나노튜브의 대량 정제, 분산, 표면 처리 등을 효율적으로 수행할 수 있고, 더욱이 초임계장치 내의 리사이클 공정을 통하여 초임계 유체의 재사용 가능하여 유지비가 적게 드는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

- [0015] 도 1은 본원의 일 실시예에 따른 초임계 유체를 이용한 탄소나노튜브 정제 또는 분산 처리 장치를 나타내는 개략도이고,
- 도 2는 본원의 일 실시예에 따른 탄소나노튜브의 정제 방법을 나타내는 순서도이고,
- 도 3은 본원의 일 실시예에 따른 초임계 유체 처리 전, 후의 탄소나노튜브 분산 용액을 나타내는 사진이고,
- 도 4는 본원의 일 실시예에 따른 초임계 유체 처리 전, 후의 탄소나노튜브 분산 용액을 나타내는 사진이고,
- 도 5는 본원의 일 실시예에 따른 초임계 유체 처리 전, 후의 탄소나노튜브 분산 용액을 나타내는 사진이고,
- 도 6은 본원의 일 실시예에 따른 초임계 유체 처리 전, 후의 탄소나노튜브 분산 용액의 초기 농도별 흡광도의 값을 나타내는 그래프이고,
- 도 7은 본원의 일 실시예에 따른 초임계 유체 처리 전, 후의 탄소나노튜브 분산 용액을 나타내는 사진이고,
- 도 8은 본원의 일 실시예에 따른 초임계 유체 처리 전, 후의 탄소나노튜브 분산 용액을 나타내는 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0016] 이하, 첨부한 도면을 참조하여 본원이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 본 발명의 구현에 및 실시예를 상세히 설명한다.
- [0017] 그러나 본원은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 구현에 및 실시예에 한정되지 않는다. 그리고 도면에서 본원을 명확하게 설명하기 위해서 설명과 관계없는 부분은 생략하였으며, 명세서 전체를 통하여 유사한 부분에 대해서는 유사한 도면 부호를 붙였다.
- [0018] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부분이 어떤 구성요소를 “포함” 한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성 요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다.
- [0019] 본원 명세서 전체에서 사용되는 정도의 용어 “약”, “실질적으로” 등은 언급된 의미에 고유한 제조 및 물질 허용오차가 제시될 때 그 수치에서 또는 그 수치에 근접한 의미로 사용되고, 본 발명의 이해를 돕기 위해 정확하거나 절대적인 수치가 언급된 개시 내용을 비양심적인 침해자가 부당하게 이용하는 것을 방지하기 위해 사용된다.
- [0020] 본원에 있어서, 또는 “초임계 유체”란, 액체의 성질과 기체의 성질을 지닌 유체로, 온도와 압력이 각각 가스와 액체가 함께 존재할 수 있는 임계점(임계온도 및 임계압력)을 초과하는 온도와 압력상태에 있는 것을 말한다. 초임계 유체는 기체의 점도와 액체의 밀도를 가지고 거의 0에 가까운 표면장력으로 인한 높은 확산성(diffusivity)과 침투성을 가지고 있어 강력한 용매성을 가진다. 초임계 유체의 공정 중, 반응단계

(extraction stage)에서 초임계 유체의 압력과 온도의 변화에 따라 용해력을 더욱 쉽게 조절할 수 있으며, 특히 초임계 유체에 보조용매 (co-solvent)를 사용하여 물질에 대한 선택성을 더욱 증가시킬 수 있다. 추출물질을 초임계 유체로부터 회수하는 단계인 분리단계 (separation stage)에서는 압력과 온도의 조절에 의해 추출된 물질에 대한 용해력을 완전히 상실하기 때문에 쉽게 제거가 가능하고 재사용할 수 있으므로 에너지 절약형 공정이며 초임계 유체 용매 또는 초임계 유체의 선택에 따라 무공해 공정이 될 수 있다. 또한 비교적 저온에서 운용되어 열변성 물질을 안전하게 분리할 수 있다. 상기와 같이 초임계유체의 우수한 기능성은 기본적으로 침투력에 의존하고 있는데, 이 침투력의 근원은 초임계유체의 밀도요동에서 찾을 수 있다. 기체와 액체의 성질을 모두 가지고 있는 초임계 유체의 활발한 열운동은 유체 밀도의 순간적인 불균일성을 가져오는데 이러한 불균일성이 주변의 분자와 강한 상관관계를 가지게 되어 침투력이 증대하게 된다.

[0021]

탄소나노튜브의 정제 방법

[0022]

본원의 일 측면에 있어서, 탄소나노튜브의 정제 방법은, 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 반응조에 주입하고; 초임계 유체를 상기 반응조 내로 주입하여 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하고; 상기 반응조를 냉각 및 해압하여 상기 초임계 유체와 접촉되어 처리된 탄소나노튜브를 수득하는 것:을 포함할 수 있다.

[0023]

상기 초임계 유체는 탄소나노튜브 간의 강력한 반데르발스 힘을 약화시키는 역할을 할 수 있다.

[0024]

예시적 구현예에 있어서, 상기 초임계 유체는 초임계 용매를 포함하는 것이거나, 또는, 상기 초임계 용매와 다른 첨가제 및/또는 보조 시약 등을 추가 포함하는 초임계 혼합물일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0025]

예시적 구현예에 있어서, 상기 초임계 용매가 초임계 에탄을 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 초임계 용매는 상기 초임계 에탄을 포함하거나, 또는 상기 초임계 에탄에 추가하여 초임계 에틸렌, 초임계 프로필렌 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 것을 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 초임계 용매로서 에탄 : 에틸렌의 비율(부피비)이 약 1 : 0.1 ~ 약 1 : 1 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 초임계 용매에 의하여 탄소나노튜브 간의 강력한 반데르발스 힘을 약화시킬 수 있어 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브의 정제 효과를 향상시킬 수 있다.

[0026]

도 2는 본원의 일 실시예에 따른 탄소나노튜브의 정제 방법을 나타내는 순서도이다. 도 2를 참조하면, 본원에 있어서, 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하는 것은, 상기 탄소나노튜브가 도입된 상기 반응조의 온도와 압력을 일정하게 유지하면서 상기 반응조 내로 상기 초임계 유체를 연속적으로 또는 주기적으로 주입하여 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하는 것을 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하는 것은, 상기 반응조 내로 상기 초임계 유체를 주입하고 일정 시간 동안 처리한 후에 상기 반응조로부터 상기 초임계 유체를 일정량 연속적으로 또는 주기적으로 배출하는 것을 포함하는 공정에 의하여 수행되는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 초임계 유체를 일정량 연속적으로 또는 주기적으로 배출함으로써 일정 압력과 온도로 유지되는 상기 반응조로 프레쉬(fresh)한 초임계 유체가 연속적으로 또는 주기적으로 공급되게 할 수 있으며, 이로써 상기 탄소나노튜브가 프레쉬(fresh)한 초임계 유체에 의하여 효율적으로 정제될 수 있다.

[0027]

예시적 구현예에 있어서, 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체 용매와 접촉시켜 처리하기 전에, 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 보조 용매와 접촉시켜 전처리하는 것을 추가 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0028]

예시적 구현예에 있어서, 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체 용매와 접촉시켜 처리하기 전에, 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 계면활성제-함유 용액과 접촉시켜 전처리하는 것을 추가 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 계면활성제-함유 용액에 함유되는 용매는 상기 보조 용매에 대하여 기재된 것을 사용할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0029]

본원에 사용되는 보조용매는 상기 계면활성제가 코어-셸 미셀 (마이크로에멀전)을 형성하도록 하는 용매이면 특별히 제한되지 않고 사용될 수 있다. 상기 보조용매는 수계 용매, 유기계 용매, 또는 수계-유기계 혼합 용매를 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 보조용매에 있어서, 상기 수계 용매는 물, 또는 물과 알코올을 포함할 수 있으며, 상기 유기계 용매는 1종 이상의 유기 용매를 포함하는 것일 수 있으나 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 알코올은 탄소수 1 내지 6의 저급 알코올, 바람직하게는 메탄올, 에탄올, 프로판올, 부탄올 등일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 유기계 용매는

디메틸포름아미드 (DMF), 테트라하이드로퓨란 (THF), 톨루엔, 메틸에틸케톤 (MEK) 및 이들의 조합을 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

- [0030] 예시적 구현예에 있어서, 상기 초임계 유체는 상기 초임계 용매에 추가하여 상기 보조 용매 또는 상기 계면활성제-함유 용액, 또는 이들의 조합을 포함하는 초임계 혼합물일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 초임계 유체가 상기 초임계 혼합물인 경우, 상기 초임계 용매에 의하여 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 전처리한 후에 상기 초임계 혼합물에 의해 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 처리하는 것을 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0031] 본원에 보조시약으로서 사용되는 상기 계면활성제는 탄소나노튜브에 포함되어 있는 불순물의 나노 크기 입자를 코어-셸 미셀 (core-shell micelle) (마이크로에멀전)의 형태로 가용화할 수 있는 것이라면 특별히 제한되지 않고 사용될 수 있다. 이에, 상기 계면활성제는 양이온성 계면활성제, 음이온성 계면활성제, 비이온성 계면활성제, 양쪽성 계면활성제 또는 이들의 혼합물 등 당업계에 공지된 계면활성제들 중 본원의 효과를 달성할 수 있도록 적절히 선택하여 사용할 수 있다.
- [0032] 예를 들어, 음이온성 계면활성제로는, 카르복시산염, 설펜산염, 황산에스테르염, 인산에스테르염 등이 있으며, 상기 카르복시산염으로는, 고급지방산 알칼리염, N-아크릴아미노산염, 알킬에테르 카본산염 등을 들 수 있으며, 상기 설펜산염으로는 알킬설펜산염, 알킬벤젠 및 알킬아미노산염, 알킬나프탈렌 설펜산염 등을 들 수 있으며, 상기 황산에스테르염으로는 알킬황산염, 알킬에테르황산염, 알킬아릴에테르황산염, 알킬아미드황산염 등을 들 수 있고, 상기 인산에스테르염으로는, 알킬인산염, 알킬에테르인산염, 알킬아릴에테르인산염 등을 들 수 있다.
- [0033] 예를 들어, 양이온성 계면활성제로는, 1~3차 아민을 함유하는 단순한 지방족 아민염과 4차 암모늄염, 포스포늄염, 실포늄염 등 이른바 오늄화합물 등을 들 수 있으며, 구체적으로, 알킬 1급~3급 아민염, 알킬 4급암모늄염, 방향족 4급 암모늄염, 복소환 4급 암모늄염 등을 들 수 있다.
- [0034] 예를 들어, 양쪽성 계면활성제는 양이온성과 관능기와 음이온성 관능기를 하나 또는 그 이상 동시에 가지고 있는 것으로서 친수성기의 음이온 활성기에 의한 분류에 따라 카본산형, 설펜산형, 황산에스테르형, 인산형, 인산에스테르형 등을 들 수 있으며, 화학구조에 의한 분류에 따라, 베타인계, 이미다졸린계, β -알라닌계, 아미노계 등을 들 수 있다.
- [0035] 예를 들어, 비이온 계면활성제는 수용액에서 이온으로 해리하는 기를 가지고 있지 않는 계면활성제로서 -OH기를 갖고 있는 것이며, 구체적으로, 에테르형으로는 알킬 및 알킬아릴폴리옥시에틸렌에테르, 알킬아릴포름알데히드 축합 폴리옥시에틸렌에테르, 폴리옥시프로필렌을 친유기로 하는 블록폴리머를 들 수 있으며, 에스테르에테르형으로는 글리세린에스테르의 폴리옥시에틸렌에테르, 솔비탄 에스테르의 폴리옥시에틸렌에테르, 솔비톨 에스테르의 폴리옥시에틸렌에테르를 들 수 있으며, 에스테르형으로는 폴리에틸렌글리콜지방산에스테르, 글리세린에스테르, 솔비탄에스테르, 프로필렌, 글리콜에스테르, 슈가에스테르 등을 들 수 있고, 합질소형으로는 지방산알카놀아미드, 폴리옥시에틸렌지방산아미드, 폴리옥시에틸렌알킬아민, 아민옥사이드 등을 들 수 있다.
- [0036] 상기 계면활성제들 중 소듐 도데실설펜레이트 (SDS), 소듐 도데실벤젠설펜레이트 (SDBS), Triton X-100 (TX-100), 리튬 도데실설펜레이트 (LDS), 폴리비닐알코올 (PVA), 세틸트리메틸 암모늄 클로라이드 (CTAC), 도데실-트리메틸 암모늄 브로마이드 (DTAB), 폴리사카라이드(덱스트린), 폴리에틸렌옥사이드 (PEO), 테트라옥틸암모늄 브로마이드 (TOAB) 등을 사용할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 또한, 상기 계면활성제에 추가하여 분산능 향상 등을 위한 첨가제를 사용할 수 있으며 이러한 첨가제의 비제한적 예로서 에틸렌 디아민 테트라아세트산 (Ethylene diamine tetraacetic acid: EDTA)을 사용할 수 있다.
- [0037] 예시적 구현예에 있어서, 상기 초임계 유체는 에틸렌 디아민 테트라아세트산 (Ethylene diamine tetraacetic acid: EDTA)을 추가 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0038] 상기한 바와 같이, 상기 초임계 유체를 사용하여 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 정제하는 것을 포함하는 본원의 탄소나노튜브의 정제 방법에 따르면, 탄소나노튜브 고유의 우수한 특성을 변화시키지 않고 시판되고 있는 다양한 탄소나노튜브, 특히, 단일벽 탄소나노튜브에 잔류하는 촉매, 미량금속, 무정형 탄소질 등의 불순물들을 효과적으로 제거하여 탄소나노튜브의 순도를 증가시킬 수 있다.
- [0039] 예시적 구현예에 있어서, 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리함으로써 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브의 분산성을 향상시키고 동시에 상기 탄소나노튜브에 포함된 불순물이 추출 제거될 수 있다.

- [0040] 예시적 구현예에 있어서, 상기 반응조에서 초임계 조건을 형성하기 위한 온도는 30℃ 내지 140℃이고 압력은 40 기압 내지 140 기압일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0041] 예시적 구현예에 있어서, 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하기 전에, 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 묽은 산 용액으로 전처리하는 것을 추가 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0042] 예시적 구현예에 있어서, 상기 초임계 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브의 접촉 시간은, 예를 들어, 정제 대상 탄소나노튜브의 종류에 따라 당업자가 본원의 효과를 달성할 수 있는 범위에서 적의 선택가능하며, 예를 들어, 상기 접촉시간은 0.1 시간 이상일 수 있으며, 또는, 비제한적 예로서, 0.1 시간 내지 5 시간 범위 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0043] 예시적 구현예에 있어서, 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 사용 전 또는 후에 열처리하는 것을 추가 포함할 수 있다. 또는, 상기 초임계 유체 와 접촉되어 처리된 상기 탄소나노튜브를 열처리하는 것을 추가 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 이러한 열처리 공정에 의하여 탄소나노튜브에 잔류할 수 있는 유기물 등의 기타 불순물들을 제거할 수 있으며, 예를 들면, 공기의 흐름 하에 300~400℃의 온도 범위에서 10분 이상, 예를 들어, 10분 ~ 1 시간 정도 열처리할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0044] 예시적 구현예에 있어서, 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브는 단일벽 탄소나노튜브 또는 다중벽 탄소나노튜브를 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0045] 예시적 구현예에 있어서, 상기 반응조에 주입되는 탄소나노튜브에 포함된 불순물은 상기 탄소나노튜브 제조 시 사용된 것으로서 잔존하는 촉매 화합물, 미량 귀금속, 할로겐 화합물, 무정형 탄소질 및 이들의 조합에서 선택되는 것을 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0046] 예를 들어, 상기 탄소나노튜브에 포함된 불순물로서 함유된 상기 촉매가 전이 금속 또는 전형 금속을 포함하는 것 형태일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 또한, 예를 들어, 상기 불순물이 나노입자 형태일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 탄소나노튜브에 포함된 불순물이 Ni, Co, Cu, Fe, Pd, Al, Si 또는 이들의 혼합물을 포함하는 전이 금속성 촉매 화합물의 나노입자이거나 또는 Cl 등을 포함하는 할로겐 화합물일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0047] 상기 본원의 탄소나노튜브 정제 방법에 따르면, 시판되고 있는 다양한 탄소나노튜브에 잔류하는 촉매, 미량금속, 무정형 탄소질 등의 불순물들을 다양한 초임계 조건하에서 분리 정제할 수 있다.

[0048] 탄소나노튜브의 분산 방법

- [0049] 본원의 다른 측면에 있어서, 탄소나노튜브의 분산 방법은, 탄소나노튜브를 반응조에 주입하고; 상기 반응조 내로 초임계 유체를 주입하여 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하고; 상기 반응조를 냉각 및 해압하여 상기 초임계 유체와 접촉되어 처리된 탄소나노튜브를 수득하고; 상기 수득된 탄소나노튜브를 분산 용매에 분산시키는 것:을 포함할 수 있다.
- [0050] 상기 초임계 유체는 탄소나노튜브 간의 강력한 반데르발스 힘을 약화시키는 역할을 할 수 있다.
- [0051] 예시적 구현예에 있어서, 상기 초임계 유체가 초임계 에탄일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 초임계 유체는 상기 초임계 에탄을 사용하거나, 또는 상기 초임계 에탄에 추가하여 초임계 에틸렌, 초임계 프로필렌, 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 것을 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 초임계 유체 용매로서 에탄 : 에틸렌의 비율(부피비)이 약 1 : 0.1 ~ 약 1 : 1 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0052] 예시적 구현예에 있어서, 상기 초임계 유체는 상기 초임계 용매와 다른 추가 성분들을 포함하는 초임계 혼합물일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0053] 본원에 있어서, 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하는 것은, 상기 탄소나노튜브가 도입된 상기 반응조의 온도와 압력을 일정하게 유지하면서 상기 반응조 내로 상기 초임계 유체를 연속적으로 또는 주기적으로 주입하여 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하는 것을 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하는 것은, 상기 반응조 내로 상기 초임계 유체를 주입하고 일정 시간 동안 처리한 후에 상기 반응조로부터 상기 초임계 유체를 일정

량 연속적으로 또는 주기적으로 배출하는 것을 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 초임계 유체를 일정량 연속적으로 또는 주기적으로 배출함으로써 일정 압력과 온도로 유지되는 상기 반응조로 프레쉬(fresh)한 초임계 유체가 연속적으로 또는 주기적으로 공급되게 할 수 있으며, 이로써 상기 탄소나노튜브가 프레쉬(fresh)한 초임계 유체에 의하여 효율적으로 분산될 수 있다.

- [0054] 예시적 구현예에 있어서, 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하기 전에, 상기 탄소나노튜브를 보조 용매와 접촉시켜 전처리하는 것을 추가 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0055] 예시적 구현예에 있어서, 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하기 전에, 상기 탄소나노튜브를 계면활성제-함유 용액과 접촉시켜 전처리하는 것을 추가 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0056] 예시적 구현예에 있어서, 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리하기 전에, 상기 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 묶은 산 용액으로 전처리하는 것을 추가 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0057] 예시적 구현예에 있어서, 상기 초임계 유체는 상기 초임계 용매에 추가하여 상기 보조 용매 또는 상기 계면활성제-함유 용액 또는 이들의 조합을 포함하는 초임계 혼합물일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 용매와 먼저 접촉시켜 전처리한 후 상기 초임계 혼합물을 상기 반응조로 주입하여 상기 탄소나노튜브를 처리하고 것을 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0058] 예시적 구현예에 있어서, 상기 초임계 유체는 첨가제로서 에틸렌 디아민 테트라아세트산 (Ethylene diamine tetraacetic acid: EDTA)을 추가 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0059] 예시적 구현예에 있어서, 상기 수득된 탄소나노튜브를 분산 용매에 분산시킨 후 초음파 처리하는 것을 추가 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0060] 예시적 구현예에 있어서, 상기 분산 용매는 상기 보조 용매에 대하여 설명한 것과 동일한 것을 사용할 수 있다.
- [0061] 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리함으로써 상기 탄소나노튜브의 분산성을 향상시킬 수 있어 추후 탄소나노튜브 분산액의 응용 공정 시간을 단축하고 공정 비용을 절감할 수 있다.
- [0062] 예시적 구현예에 있어서, 상기 반응조에서 초임계 조건을 형성하기 위한 온도는 30℃ 내지 140℃이고 압력은 40 기압 내지 140 기압일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0063] 예시적 구현예에 있어서, 상기 탄소나노튜브는 단일벽 탄소나노튜브 또는 다중벽 탄소나노튜브를 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0064] 예시적 구현예에 있어서, 상기 초임계 유체와 상기 탄소나노튜브의 접촉 시간이 0.1 시간 이상일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0065] 예시적 구현예에 있어서, 상기 보조용매는 수계 용매, 유기계 용매, 또는 수계-유기계 혼합 용매를 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 보조용매 및 상기 계면활성제의 구체적인 예는 상기 "탄소나노튜브의 정제 방법"에서 기술한 바와 동일하다.
- [0066] 예시적 구현예에 있어서, 상기 분산 용매에 분산된 탄소나노튜브 분산액을 원심분리하여 분산되지 않은 탄소나노튜브를 제거하는 것을 추가 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0067] 본원에 따른 상기 탄소나노튜브의 정제 방법 및 분산 방법에 있어서, 탄소나노튜브 간의 강력한 반데르발스 힘을 약화시키기 위해서 초임계 용매로서, 예를 들어, 초임계 에탄, 또는 초임계 에탄과 초임계 프로필렌 및/또는 초임계 에틸렌의 혼합물을 사용하거나 이러한 초임계 유체 용매에 보조용매, 계면활성제, 첨가제 등을 추가함으로써 용도에 맞는 초임계 용매 또는 초임계 유체 혼합물을 선택하여 사용할 수 있다.
- [0068] 따라서, 본원에서는 상기 이러한 특성을 갖는 초임계 유체 용매 또는 초임계 유체 혼합물을 이용함으로써, 본원의 탄소나노튜브의 정제 방법에서는 탄소나노튜브에 포함된 불순물을 더욱 효과적으로 제거할 수 있고, 또한 본원의 탄소나노튜브의 분산 방법에서는 다발 (bundle) 또는 꼬인 형태 등으로 응집되어 있는 탄소나노튜브 간의 강한 반데르발스 힘을 약화시킴으로써 탄소나노튜브 간의 응집을 약화시켜 분산능을 향상시키는 효과를 포함한다.
- [0069] 본원의 상기 탄소나노튜브의 정제 방법 및 분산 방법은 다양한 탄소나노튜브에 적용할 수 있으며, 단일벽 탄소나노튜브 (SWCNT) 및 다중벽 탄소나노튜브 (MWCNT)에 적용가능하다. 예를 들어, SWCNT는 HiPco 공정 (high-

pressure carbon monoxide disproportionation process), 아크-방전 공정 (Arc-discharge process) 또는 기타 방법을 통해 제조된 SWCNT일 수 있다. 예를 들어, MWCNT는 CVD 공정 또는 기타 방법을 통해 제조된 MWCNT일 수 있다.

[0070] 탄소나노튜브를 초임계 유체와 접촉하여 처리하는 공정

[0071] 본원에 따른 탄소나노튜브의 정제 방법 및 분산 방법에 있어서 각각 초임계 유체와 탄소나노튜브를 접촉하여 처리하는 공정을 위한 장치는 하기를 포함할 수 있다:

[0072] 초임계 유체를 형성하는 예비혼합조;

[0073] 상기 예비혼합조로부터 공급되는 상기 초임계 유체에 의한 탄소나노튜브의 처리가 수행되는 반응조;

[0074] 상기 반응조에 연결되며, 상기 반응조로부터 상기 탄소나노튜브의 처리에 사용된 상기 초임계 유체가 배출되는 분리조; 및

[0075] 상기 반응조 및 상기 분리조의 연결부에 위치하여 상기 초임계 유체가 상기 반응조로부터 배출되도록 조절하는 압력조절장치.

[0076] 예를 들어, 상기 압력조절장치에 의하여 상기 초임계 유체가 상기 반응조로부터 연속적으로 또는 주기적으로 배출되도록 조절될 수 있다.

[0077] 본원에 따른 탄소나노튜브의 정제 방법 및 분산 방법에 있어서 각각 초임계 유체와 탄소나노튜브를 접촉하여 처리하는 것은 도 1의 초임계 유체 처리 장치를 사용하여 수행될 수 있다.

[0078] 즉, 도 1에 보이는 바와 같이, 초임계 유체 장치는 크게 세부분으로 나눌 수 있는 바, 초임계 상태 조성을 위한 예비혼합조 (Pre-mixing chamber)(140), 반응조 (Reaction chamber)(150), 및 초임계 유체와 기타 다른 액상 용매의 제거를 위한 분리조 (Separating chamber)(170) 등을 포함한다.

[0079] 구체적으로, 본원의 일 실시예에 따른 탄소나노튜브의 정제 방법에 있어, 불순물을 함유하는 탄소나노튜브를 초임계 유체와 접촉하여 처리하는 공정은, 먼저, 반응조 (reaction chamber)(150)에 탄소나노튜브를 넣고, 초임계 유체 형성 가스를 액화장치(110)를 통하여 액화시킨 후, 예비혼합조(140)에 주입한 후 압력과 온도를 100 기압과 120℃가 되도록 설정하여 초임계 유체를 형성한다. 상기 초임계 유체는 에탄, 또는 에탄에 추가하여 에틸렌, 프로필렌, 또는 이들의 혼합물인 초임계 용매를 포함하는 것이거나, 또는 상기 초임계 용매에 다른 성분들이 추가된 초임계 혼합물일 수 있다.

[0080] 초임계 조건 형성을 위하여 압력과 온도를 100 기압과 120℃로 설정한 반응조(150)에 상기 초임계 유체를 천천히 주입한 후, 100 기압과 120℃으로 30분간 유지시켜 상기 탄소나노튜브를 상기 초임계 유체와 접촉시켜 처리한다.

[0081] 또는, 압력과 온도를 100 기압과 120℃로 설정한 반응조(150)에 상기 초임계 용매를 천천히 주입한 후, 100 기압과 120℃으로 30분간 유지시킨다. 이어서, 보조용매 또는 계면활성제 및 보조용매를 포함하는 용액을 상기 예비혼합조(140)에 주입하여 초임계 혼합물을 형성한다. 이어서, 압력조절장치(160) (BPR = Back Pressure Regulator)를 사용하여 상기 초임계 유체 초임계 혼합물을 동시에 조금씩 연속적으로 또는 주기적으로 분리조 (separating chamber)(170)로 배출함으로써 상기 보조용매 또는 계면활성제 및 보조용매를 포함하는 용액이 상기 초임계 용매와 함께 연속적으로 또는 주기적으로 상기 분리조로 배출된다. 이러한 초임계 유체 처리 반응을 2 ~ 3시간 계속 수행한다. 상기 초임계 유체 처리 반응 완료 후 반응조(150)의 압력과 온도를 대기압과 상온으로 낮춘 후 초임계 유체로 처리된 탄소나노튜브를 회수한다.

[0082] 본원에 따른 탄소나노튜브의 정제 방법에 있어서, 분석 방법으로는 SEM/EDS (Scanning Electron Microscope with Energy Dispersive X-ray Spectrometer), 라만분광법 (Raman Spectroscopy), 자외선-가시광선 흡광분광법 등을 사용하여 탄소나노튜브의 불순물의 감소 등의 측정하여 정제 정도를 분석할 수 있다.

[0083] 또한, 본원의 일 실시예에 따른 탄소나노튜브의 분산 방법에 있어서, 탄소나노튜브를 초임계 혼합물과 접촉하여 처리하는 공정은, 상기 본원의 탄소나노튜브의 정제 방법에 따른 실시예들에 대하여 기술한 것과 동일한 장치 및 공정을 이용하여 실시할 수 있으며, 이어서, 상기 초임계 유체와의 접촉 공정 후 회수한 탄소나노튜브를 분

산 용매에 분산시킨다. 본원의 다른 실시예에 따른 탄소나노튜브의 분산 방법에 있어서, 상기 분산 용매에 분산된 탄소나노튜브 분산액을 초음파 처리를 하는 것을 추가로 포함할 수 있다.

[0084] 본원에 따른 탄소나노튜브의 분산 방법에 있어서, 분석 방법으로는 SEM/EDS, 라만분광법, 자외선-가시광선 흡광 분광법 등을 사용하여 탄소나노튜브의 분산 정도 등을 분석할 수 있다.

[0085] 초임계 유체에 의한 탄소나노튜브 분산의 필요성

[0086] 탄소나노튜브는 완벽한 물성과 구조를 가지고 있고 또한 다양한 분야에서 응용이 기대되는 차세대 물질 중 하나로 각광받고 있다. 그러나 이러한 폭넓은 응용 가능성에도 불구하고 나노튜브 간의 반데르발스 힘에 의한 인력현상은 탄소나노튜브의 응집현상을 야기하고 이와 같은 응집현상은 그 활용에 대한 큰 걸림돌이 되고 있다. 따라서 탄소나노튜브의 미래시장을 확장하고 가치를 높이기 위해 분산기술은 매우 중요한 의미를 갖고 있다. 기존에 연구 발표된 탄소나노튜브 분산 기술에 관한 기술개발 동향으로는 초음파 등을 이용한 기계적 분산, 용매와 분산제를 이용한 분산, 고분자 코팅을 통한 분산, 강산처리에 의한 분산, 열처리에 의한 분산 등이 있으나, 이러한 분산강화 방법은 탄소나노튜브의 결함을 유발하거나, 다발이 끊어지는 등의 단점을 가져오기 때문에 탄소나노튜브 고유의 특성을 저하시킬 수 있다. 초임계 유체를 이용한 구체적으로 초임계 에탄을 이용한 탄소나노튜브의 분산성 향상에 관한 기술은 탄소나노튜브의 결함을 최소화시키며 동시에 탄소나노튜브의 분산성을 향상시킬 수 있는 새로운 기술로서 효용가치가 있다.

[0087] 이하, 예시적인 실시예들에 의하여 본원을 보다 상세히 설명한다. 그러나, 본원에 이러한 실시예들로 제한되는 것은 아니다.

실시예 1

[0088] 다중벽 탄소나노튜브 I (MWCNT I) 의 분산도 향상을 위한 초임계 처리

[0089] 도 1에 나타난 초임계 유체 처리 장치를 사용하여, 상기 설명한 탄소나노튜브를 초임계 유체와 접촉하여 처리하는 공정에 의하여 불순물을 함유하는 다중벽 탄소나노튜브 I을 초임계 에탄을 포함하는 초임계 유체와 접촉시켜 처리하였다. 상기 다중벽 탄소나노튜브는 CCVD (catalytic chemical vapor deposition) 공정을 통하여 제조되었다. 초임계 처리는 100 기압 120℃ 조건에서 시행하였다. 본 실시예에서 분산도 향상을 위한 초임계 처리조건이 상기 조건에 국한 되는 것은 아니다. 상기 초임계 에탄을 포함하는 초임계 유체로 처리 후 회수한 다중벽 탄소나노튜브를 계면활성제가 0.5 질량% 포함된 증류수에 출력이 60 W인 초음파를 이용하여 10분간 분산시켰다. 본 실시예에서 사용된 계면활성제는 SDS이며, 이에 국한 되는 것은 아니다. 초음파 처리한 탄소나노튜브가 포함된 분산용액을 5000 g에서 5분간 원심분리를 실시한 후 상등액을 취하여 흡광도를 측정하였다. 흡광도 측정에는 UV-Visible Spectroscopy를 사용하였으며, 580 nm에서 측정한 흡광도의 차이를 하기 표 1에 나타내었으며, 비교예로서 초임계 처리하지 않은 다중벽 탄소나노튜브를 사용하였다. 하기 표 1에 나타낸 바와 같이 가장 일반적인 분산도 비교 측정 영역인 580 nm의 경우 초임계 유체 처리 전에 비해 다중벽 탄소나노튜브의 초임계 에탄유체 처리를 시행한 후의 흡광도가 약 1.35 배 증가하였으며, 하기 도 3은 초임계 유체 처리 전, 후의 분산용액을 나타낸다. 이를 통하여 초임계 에탄-함유 유체 처리를 한 후 다중벽 탄소나노튜브의 분산도가 개선되었다는 것을 확인하였다.

표 1

실시예 1에 의한 초임계 처리 전/후 흡광도 변화

파장 (nm)	초임계 유체 처리 전 흡광도	초임계 유체 처리 후 흡광도
580	0.9520	1.2870

실시예 2

불순물-함유 다중벽 탄소나노튜브 I (MWCNT I)의 초임계 처리에 의한 정제

도 1에 나타난 초임계 유체 처리 장치를 사용하여, 상기 설명한 탄소나노튜브를 초임계 유체와 접촉하여 처리하는 공정에 의하여 Fe, Al 등의 불순물을 함유하는 다중벽 탄소나노튜브 I을 초임계 에탄을 포함하는 초임계 유체로 처리하였다.

상기 다중벽 탄소나노튜브 I은 아크-방전 공정, CCVD 공정 (catalytic chemical vapor deposition) 또는 기타 방법을 통해 제조된 다중벽 탄소나노튜브 I를 사용할 수 있으나, 본 실시예에서는 CCVD (catalytic chemical vapor deposition) 공정 방법으로 제조된 다중벽 탄소나노튜브 I을 사용하였다.

상기 초임계 처리 후 회수한 다중벽 탄소나노튜브 I의 불순물 정제 정도를 EDS를 사용하여 분석하여 그 결과를 하기 표 2에 나타내었다. 비교예로서 초임계 처리하지 않은 다중벽 탄소나노튜브 I을 사용하였다. 하기 표 2에 나타난 바와 같이, 초임계 유체를 사용하여 처리함으로써 다중벽 탄소나노튜브 I에 함유되어 있던 알루미늄, 철 등의 불순물이 상당량 제거되었음을 확인하였고, 이를 제거율로 환산하면 65% 내외의 알루미늄 불순물이 제거되었으며, 철의 경우에는 완벽히 제거되었다.

표 2

다중벽 탄소나노튜브에 함유된 Al, Fe 불순물의 함량 분석

원소	초임계 유체 처리 전 (함량비, %)	초임계 유체 처리 후 (함량비, %)
탄 소 (C)	77.02	92.77
산 소 (O)	17.35	4.89
알루미늄 (Al)	5.22	2.34
철 (Fe)	0.41	0

실시예 3

다중벽 탄소나노튜브 I (MWCNT I) 의 분산도 향상을 위한 초임계 처리

도 1에 나타난 초임계 유체 처리 장치를 사용하여, 상기 설명한 탄소나노튜브를 초임계 유체 혼합물과 접촉하여

처리하는 공정에 의하여, 다중벽 탄소나노튜브 I을 초임계 에탄을 포함하는 초임계 유체로 처리하였다. 상기 다중벽 탄소나노튜브는 CVD 공정을 통하여 제조되었다. 초임계 처리는 50 기압 32℃ 조건에서 시행하였다. 본 실시예에서 분산도 향상을 위한 초임계 처리조건이 상기 조건에 국한 되는 것은 아니다. 상기 초임계 처리 후 회수한 다중벽 탄소나노튜브를 계면활성제가 0.5질량% 포함된 Distilled water에 출력이 60 W인 초음파를 이용하여 10분간 분산 시켰다. 본 실시예에서 사용된 계면활성제는 SDS이며, 이에 국한 되는 것은 아니다. 초음파 처리한 탄소나노튜브가 포함된 분산용액을 5000 g에서 5분간 원심분리를 실시한 후 상등액을 취하여 흡광도를 측정하였다. 흡광도 측정에는 UV-Visible Spectroscopy를 사용하였으며, 580 nm에서 측정한 흡광도의 차이를 하기 표 3에 나타내었으며, 비교예로서 초임계 처리하지 않은 다중벽 탄소나노튜브를 사용하였다. 하기 표 3에 나타낸 바와 같이 가장 일반적인 분산도 비교 측정 영역인 580 nm의 경우 초임계 유체 처리 전에 비해 다중벽 탄소나노튜브의 초임계 에탄유체 처리를 시행한 후의 흡광도가 약 1.48배 증가하였으며, 하기 도 4는 초임계 유체 처리 전, 후의 분산용액을 나타낸다. 이를 통하여 초임계 에탄유체 처리를 한 후 다중벽 탄소나노튜브의 분산도가 개선되었다는 것을 확인하였다.

표 3

실시예 3에 의한 초임계 처리 전/후 흡광도 변화

파장 (nm)	초임계 유체 처리 전	초임계 유체 처리 후
	흡광도	흡광도
580	0.9520	1.4060

실시예 4

다중벽 탄소나노튜브 I (MWCNT I) 의 분산도 향상을 위한 계면활성제가 포함된 초임계 에탄 처리

도 1에 나타난 초임계 유체 처리 장치를 사용하여, 상기 설명한 탄소나노튜브를 초임계 유체와 접촉하여 처리하는 공정에 의하여, 다중벽 탄소나노튜브 I을 초임계 에탄을 포함하는 초임계 유체로 처리하였다. 상기 다중벽 탄소나노튜브는 CCVD 공정을 통하여 제조되었다. 0.5중량% SDS가 포함된 용액 3 ml과 5 ml을 각각 다중벽 탄소나노튜브 I에 혼합한 후 초임계 유체 처리를 실시하였다. 초임계 유체 처리는 100 기압 120℃ 조건에서 시행하였다. 본 실시예에서 분산도 향상을 위한 초임계 처리조건이 상기 조건에 국한 되는 것은 아니다. 초임계 처리 실시 후 회수한 다중벽 탄소나노튜브를 80℃ 건조기에서 건조한 후 80℃ 진공 건조기에서 건조하여 용매를 제거하였다. 상기 초임계 처리 후 회수한 다중벽 탄소나노튜브를 계면활성제가 0.5질량% 포함된 Distilled water에 출력이 60 W인 초음파를 이용하여 10분간 분산 시켰다. 본 실시예에서 사용된 계면활성제는 SDS이며, 이에 국한 되는 것은 아니다. 초음파 처리한 탄소나노튜브가 포함된 분산용액을 5000 g에서 5분간 원심분리를 실시한 후 상등액을 취하여 흡광도를 측정하였다. 흡광도 측정에는 UV-Visible Spectroscopy를 사용하였으며, 580 nm에서 측정한 흡광도의 차이를 하기 표 4에 나타내었으며, 비교예로서 초임계 처리하지 않은 다중벽 탄소나노튜브를 사용하였다. 하기 표 4에 나타낸 바와 같이 가장 일반적인 분산도 비교 측정 영역인 580 nm의 경우 초임계 유체 처리 전에 비해 다중벽 탄소나노튜브의 계면활성제가 포함된 초임계 에탄유체 처리를 시행한 후의 흡광도가 계면활성제 용액 3 ml 사용하였을 때 약 1.52 배 증가하였으며, 계면활성제 용액 5 ml 사용하였을 때 약 1.75 배 증가 하였다. 이를 통하여 계면활성제가 포함한 초임계 에탄유체 처리를 한 후 다중벽 탄소나노튜브의 분산도가 개선되었다는 것을 확인하였다.

표 4

실시에 4에 의한 초임계 처리 전/후 흡광도 변화

파장 (nm)	초임계 유체 처리 전 흡광도	초임계 유체 처리 후 흡광도 (3ml)	초임계 유체 처리 후 흡광도 (5ml)
580	0.4420	0.6740	0.7770

실시예 5

다중벽 탄소나노튜브 II (MWCNT II) 의 분산도 향상을 위한 초임계 처리

도 1에 나타난 초임계 유체 처리 장치를 사용하여, 상기 설명한 탄소나노튜브를 초임계 유체와 접촉하여 처리하는 공정에 의하여, 다중벽 탄소나노튜브 II을 초임계 에탄올을 포함하는 초임계 유체로 처리하였다. 상기 다중벽 탄소나노튜브는 CCVD 공정을 통하여 제조되었다. 초임계 처리는 100 기압 120℃ 조건에서 시행하였다. 본 실시예에서 분산도 향상을 위한 초임계 처리조건이 상기 조건에 국한 되는 것은 아니다. 상기 초임계 처리 후 회수한 다중벽 탄소나노튜브를 계면활성제가 0.5질량% 포함된 Distilled water에 출력이 60 W인 초음파를 이용하여 10분간 분산시켰다. 본 실시예에서 사용된 계면활성제는 SDS이며, 이에 국한 되는 것은 아니다. 초음파 처리한 탄소나노튜브가 포함된 분산용액을 5000 g에서 5분간 원심분리를 실시한 후 상등액을 취하여 흡광도를 측정하였다. 흡광도 측정에는 UV-Visible Spectroscopy를 사용하였으며, 580 nm에서 측정한 흡광도의 차이를 하기 표 5에 나타내었으며, 비교예로서 초임계 처리하지 않은 다중벽 탄소나노튜브를 사용하였다. 하기 표 5에 나타낸 바와 같이 가장 일반적인 분산도 비교 측정 영역인 580 nm의 경우 초임계 유체 처리 전에 비해 다중벽 탄소나노튜브의 초임계 에탄올유체 처리를 시행한 후의 흡광도가 약 1.48 배 증가하였으며, 하기 도 5는 초임계 유체 처리 전, 후의 분산용액을 나타낸다. 이를 통하여 초임계 에탄올유체 처리를 한 후 다중벽 탄소나노튜브의 분산도가 개선되었다는 것을 확인하였다.

표 5

실시에 5에 의한 초임계 처리 전/후 흡광도 변화

파장 (nm)	초임계 유체 처리 전 흡광도	초임계 유체 처리 후 흡광도
580	0.1036	0.1546

실시예 6

불순물-함유 다중벽 탄소나노튜브 II (MWCNT II)의 초임계 처리에 의한 정제

도 1에 나타난 초임계 유체 처리 장치를 사용하여, 상기 설명한 탄소나노튜브를 초임계 유체와 접촉하여 처리하는 공정에 의하여, Fe, Al 등의 불순물을 함유하는 다중벽 탄소나노튜브 II을 초임계 에탄올을 포함하는 초임계 유체로 처리하였다.

상기 다중벽 탄소나노튜브 II은 아크-방전 공정, CCVD 공정 (catalytic chemical vapor deposition) 또는 기타 방법을 통해 제조된 다중벽 탄소나노튜브 II를 사용할 수 있으나, 본 실시예에서는 CCVD (catalytic

chemical vapor deposition) 공정 방법으로 제조된 다중벽 탄소나노튜브 II을 사용하였다.

[0108]

상기 초임계 처리 후 회수한 다중벽 탄소나노튜브 II의 불순물 정제 정도를 SEM/EDS를 사용하여 분석하여 그 결과를 하기 표 6에 나타내었다. 비교예로서 초임계 처리하지 않은 다중벽 탄소나노튜브 II을 사용하였다. 하기 표 6에 나타낸 바와 같이, 초임계 유체를 사용하여 처리함으로써 다중벽 탄소나노튜브 II에 함유되어 있던 알루미늄, 철 등의 불순물이 상당량 제거되었음을 확인하였고, 이를 제거율로 환산하면 47% 내외의 알루미늄 불순물이 제거되었으며, 마그네슘의 경우에는 완벽히 제거되었다.

표 6

다중벽 탄소나노튜브에 함유된 Al, Fe 불순물의 함량 분석

원소	초임계 유체 처리 전 (함량비, %)	초임계 유체 처리 후 (함량비, %)
탄 소 (C)	83.97	91.67
산 소 (O)	11.64	5.42
알루미늄 (Al)	1.52	0.94
마그네슘 (Mg)	0.86	0
철 (Fe)	2.02	1.97

[0109]

실시예 7

[0110]

다중벽 탄소나노튜브 II (MWCNT II) 의 분산도 향상을 위한 초임계 처리

[0111]

도 1에 나타난 초임계 유체 처리 장치를 사용하여, 상기 설명한 탄소나노튜브를 초임계 유체와 접촉하여 처리하는 공정에 의하여, 다중벽 탄소나노튜브 II을 초임계 에탄올을 포함하는 초임계 유체로 처리하였다. 상기 다중벽 탄소나노튜브는 CCVD 공정을 통하여 제조되었다. 초임계 처리는 50 기압 32℃ 조건에서 시행하였다. 본 실시예에서 분산도 향상을 위한 초임계 처리조건이 상기 조건에 국한 되는 것은 아니다. 상기 초임계 처리 후 회수한 다중벽 탄소나노튜브를 계면활성제가 0.5질량% 포함된 Distilled water에 출력이 60 W인 초음파를 이용하여 10분간 분산 시켰다. 본 실시예에서 사용된 계면활성제는 SDS이며, 이에 국한 되는 것은 아니다. 초음파 처리한 탄소나노튜브가 포함된 분산용액을 5000 g에서 5분간 원심분리를 실시한 후 상등액을 취하여 흡광도를 측정하였다. 흡광도 측정에는 UV-Visible Spectroscopy를 사용하였으며, 초기 농도별 흡광도의 값을 아래 도 6에 나타내었다. 여기서 표시된 농도값은 초기 농도값으로서, 원심분리 전에 분산 용매에 대해 첨가한 CNT의 농도를 의미한다. 580 nm에서 측정한 흡광도의 차이를 하기 표 7에 나타내었으며, 비교예로서 초임계 처리하지 않은 다중벽 탄소나노튜브를 사용하였다. 하기 표 7에 나타낸 바와 같이 가장 일반적인 분산도 비교 측정 영역인 580 nm의 경우 초임계 유체 처리 전에 비해 다중벽 탄소나노튜브의 초임계 에탄올유체 처리를 시행한 후의 흡광도가 약 2.03 배 증가하였으며, 하기 도 7은 초임계 유체 처리 전, 후의 분산용액을 나타낸다. 이를 통하여 초임계 에탄올유체 처리를 한 후 다중벽 탄소나노튜브의 분산도가 개선되었다는 것을 확인하였다.

표 7

실시에 7에 의한 초임계 처리 전/후 흡광도 변화

파장 (nm)	초임계 유체 처리 전 흡광도	초임계 유체 처리 후 흡광도
580	0.1200	0.2430

실시예 8

다중벽 탄소나노튜브 II (MWCNT II) 의 분산도 향상을 위한 계면활성제가 포함된 초임계 처리

도 1에 나타난 초임계 유체 처리 장치를 사용하여, 상기 설명한 탄소나노튜브를 초임계 유체와 접촉하여 처리하는 공정에 의하여, 다중벽 탄소나노튜브 II을 초임계 에탄올을 포함하는 초임계 유체로 처리하였다. 상기 다중벽 탄소나노튜브는 CVD 공정을 통하여 제조되었다. 0.5중량% SDS가 포함된 용액 5 ml을 다중벽 탄소나노튜브 II과 혼합한 후 초임계 유체 처리를 실시하였다. 초임계 유체 처리는 100 기압 120℃ 조건에서 시행하였다. 본 실시예에서 분산도 향상을 위한 초임계 처리조건이 상기 조건에 국한 되는 것은 아니다. 초임계 처리 실시 후 회수한 다중벽 탄소나노튜브를 80℃ 건조기에서 건조한 후 80℃ 진공 건조기에서 건조하여 용매를 제거하였다. 상기 초임계 처리 후 회수한 다중벽 탄소나노튜브를 계면활성제가 0.5질량% 포함된 Distilled water에 출력이 60 W인 초음파를 이용하여 10분간 분산 시켰다. 본 실시예에서 사용된 계면활성제는 SDS이며, 이에 국한 되는 것은 아니다. 초음파 처리한 탄소나노튜브가 포함된 분산용액을 5000 g에서 5분간 원심분리를 실시한 후 상등액을 취하여 흡광도를 측정하였다. 흡광도 측정에는 UV-Visible Spectroscopy를 사용하였으며, 580 nm에서 측정된 흡광도의 차이를 하기 표 8에 나타내었으며, 비교예로서 초임계 처리하지 않은 다중벽 탄소나노튜브를 사용하였다. 하기 표 8에 나타낸 바와 같이 가장 일반적인 분산도 비교 측정 영역인 580 nm의 경우 초임계 유체 처리 전에 비해 다중벽 탄소나노튜브의 계면활성제가 포함된 초임계 에탄올 유체 처리를 시행한 후의 흡광도가 약 1.52 배 증가하였으며, 이를 통하여 계면활성제가 포함한 초임계 에탄올유체 처리를 한 후 다중벽 탄소나노튜브의 분산도가 개선되었다는 것을 확인하였다.

표 8

실시에 8에 의한 초임계 처리 전/후 흡광도 변화

파장 (nm)	초임계 유체 처리 전 흡광도	초임계 유체 처리 후 흡광도
580	0.0860	0.2550

실시예 9

단일벽 탄소나노튜브 I (SWCNT I) 의 분산도 향상을 위한 초임계 처리

도 1에 나타난 초임계 유체 처리 장치를 사용하여, 상기 설명한 탄소나노튜브를 초임계 유체 혼합물과 접촉하여 처리하는 공정에 의하여, 단일벽 탄소나노튜브 I을 초임계 에탄올을 포함하는 초임계 유체 혼합물로 처리하였다. 상기 단일벽 탄소나노튜브는 HipCO 공정을 통하여 제조되었다. 초임계 처리는 100 기압 120℃ 조건에서 시행하였다. 본 실시예에서 분산도 향상을 위한 초임계 처리조건이 상기 조건에 국한 되는 것은 아니다. 상기 초임계 처리 후 회수한 다중벽 탄소나노튜브를 계면활성제가 0.5질량% 포함된 Distilled water에 출력이 60 W인 초

음파를 이용하여 10분간 분산 시켰다. 본 실시예에서 사용된 계면활성제는 SDS이며, 이에 국한 되는 것은 아니다. 초음파 처리한 탄소나노튜브가 포함된 분산용액을 5000 g에서 5분간 원심분리를 실시한 후 상등액을 취하여 흡광도를 측정하였다. 흡광도 측정에는 UV-Visible Spectroscopy를 사용하였으며, 580 nm에서 측정한 흡광도의 차이를 하기 표 9에 나타내었으며, 비교예로서 초임계 처리하지 않은 단일벽 탄소나노튜브를 사용하였다. 하기 표 9에 나타난 바와 같이 가장 일반적인 분산도 비교 측정 영역인 580 nm의 경우 초임계 유체 처리 전에 비해 단일벽 탄소나노튜브의 초임계 에탄유체 처리를 시행한 후의 흡광도가 약 2.3 배 증가하였으며, 하기 도 8은 초임계 유체 처리 전, 후의 분산용액을 나타낸다. 이를 통하여 초임계 에탄유체 처리를 한 후 단일벽 탄소나노튜브의 분산도가 개선되었다는 것을 확인하였다.

표 9

실시예 9에 의한 초임계 처리 전/후 흡광도 변화

파장 (nm)	초임계 유체 처리 전 흡광도	초임계 유체 처리 후 흡광도
580	0.2290	0.5267

실시예 10

단일벽 탄소나노튜브 II (SWCNT II)의 분산도 향상을 위한 초임계 처리

도 1에 나타난 초임계 유체 처리 장치를 사용하여, 상기 설명한 탄소나노튜브를 초임계 유체와 접촉하여 처리하는 공정에 의하여, 단일벽 탄소나노튜브 II을 초임계 에탄을 포함하는 초임계 유체로 처리하였다. 상기 단일벽 탄소나노튜브는 CCVD 공정을 통하여 제조되었다. 초임계 처리는 100 기압 120℃ 조건에서 시행하였다. 본 실시예에서 분산도 향상을 위한 초임계 처리조건이 상기 조건에 국한 되는 것은 아니다. 상기 초임계 처리 후 회수한 다중벽 탄소나노튜브를 계면활성제가 0.5질량% 포함된 Distilled water에 출력이 60 W인 초음파를 이용하여 10분간 분산 시켰다. 본 실시예에서 사용된 계면활성제는 SDS이며, 이에 국한 되는 것은 아니다. 초음파 처리한 탄소나노튜브가 포함된 분산용액을 5000 g에서 5분간 원심분리를 실시한 후 상등액을 취하여 흡광도를 측정하였다. 흡광도 측정에는 UV-Visible Spectroscopy를 사용하였으며, 580 nm에서 측정한 흡광도의 차이를 하기 표 10에 나타내었으며, 비교예로서 초임계 처리하지 않은 단일벽 탄소나노튜브를 사용하였다. 하기 표 10에 나타난 바와 같이 가장 일반적인 분산도 비교 측정 영역인 580 nm의 경우 초임계 유체 처리 전에 비해 단일벽 탄소나노튜브의 초임계 에탄유체 처리를 시행한 후의 흡광도가 약 1.4배 증가하였다. 이를 통하여 초임계 에탄유체 처리를 한 후 단일벽 탄소나노튜브의 분산도가 개선되었다는 것을 확인하였다.

표 10

실시예 10에 의한 초임계 처리 전/후 흡광도 변화

파장 (nm)	초임계 유체 처리 전 흡광도	초임계 유체 처리 후 흡광도
580	0.6030	0.8550

이상, 실시예를 들어 본 발명을 상세하게 설명하였으나, 본 발명은 상기 실시예들에 한정되지 않으며, 여러 가

지 다양한 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 기술적 사상 내에서 당 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의하여 여러 가지 많은 변형이 가능함이 명백하다.

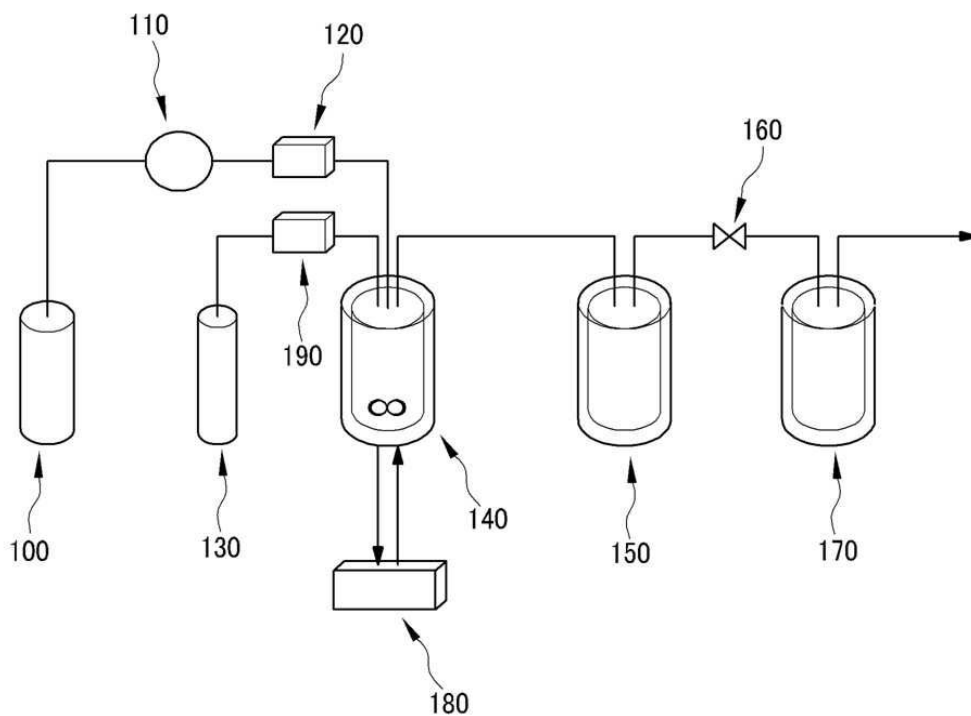
부호의 설명

[0123]

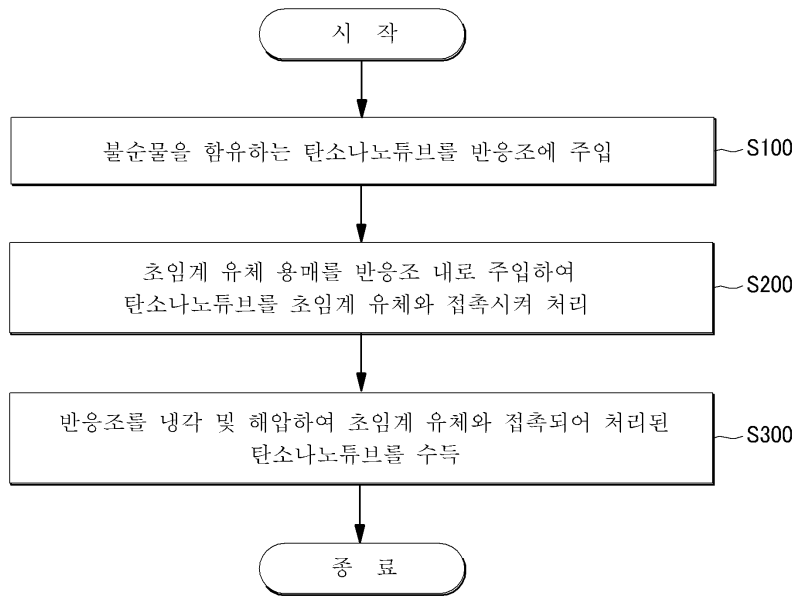
- 100: 가스실린더
- 110: 액화장치
- 120: 고압펌프
- 130: 보조용매 실린더
- 140: 예비 혼합조
- 150: 반응조
- 160: 압력조절 장치
- 170: 분리조
- 180: 온도조절 장치
- 190: 고압펌프

도면

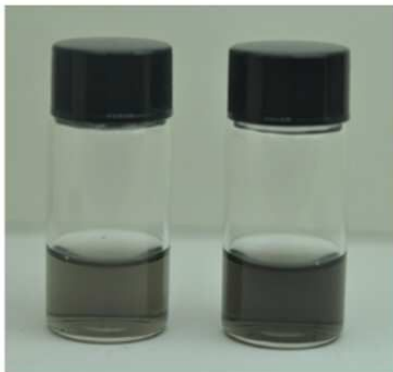
도면1



도면2

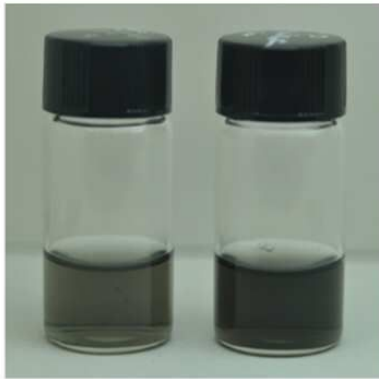


도면3



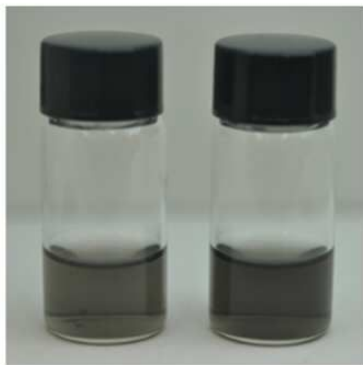
왼쪽 : 초임계 처리 전의 분산용액
오른쪽 : 초임계 처리 후의 분산용액

도면4



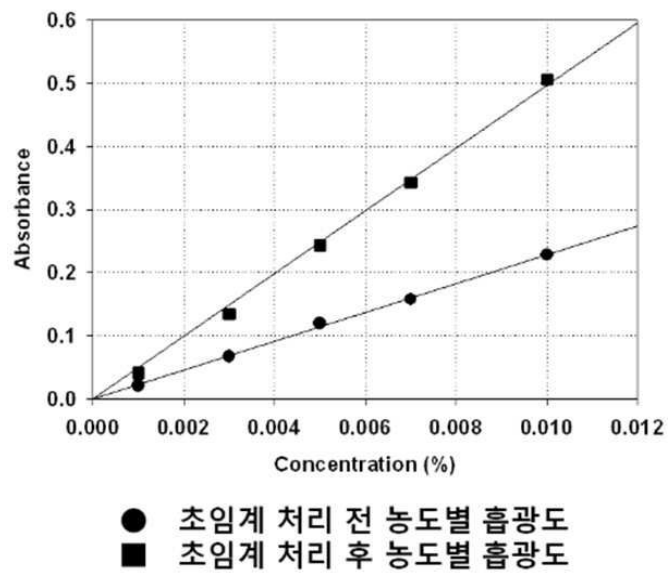
왼쪽 : 초임계 처리 전의 분산용액
오른쪽 : 초임계 처리 후의 분산용액

도면5



왼쪽 : 초임계 처리 전의 분산용액
오른쪽 : 초임계 처리 후의 분산용액

도면6

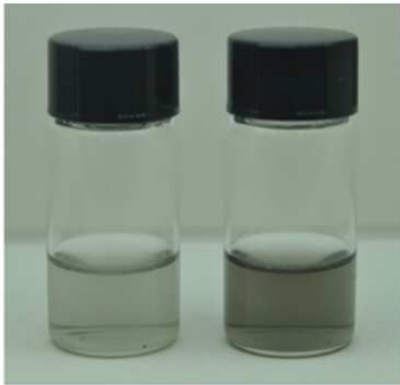


도면7



왼쪽 : 초임계 처리 전의 분산용액
오른쪽 : 초임계 처리 후의 분산용액

도면8



왼쪽 : 초임계 처리 전의 분산용액
오른쪽 : 초임계 처리 후의 분산용액