



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2007년10월23일
(11) 등록번호 10-0769684
(24) 등록일자 2007년10월17일

(51) Int. Cl.

B82B 3/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2006-0041184

(22) 출원일자 2006년05월08일

심사청구일자 2006년05월08일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020050011867 A

KR1020060024726 A

US6783746 B1

US6921575 B2

(73) 특허권자

고려대학교 산학협력단

서울 성북구 안암동5가1 고려대학교 내

(72) 발명자

김중엽

대전 서구 둔산동 1509 크로바아파트 108-1406

홍정숙

서울 관악구 봉천5동 관악드림타운아파트 108-802

손양수

경기 성남시 분당구 구미동 금성백조 201동 104호

(74) 대리인

현중철

전체 청구항 수 : 총 13 항

심사관 : 강상윤

(54) 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법 및 이에 의한 폴리부텐조성물

(57) 요약

탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법 및 이에 의한 폴리부텐조성물이 개시된다.

본 발명은 (a) 하나 또는 둘 이상의 유기용매를 혼합하여, 점탄성유체를 준비하는 단계; (b) 상기 점탄성유체에

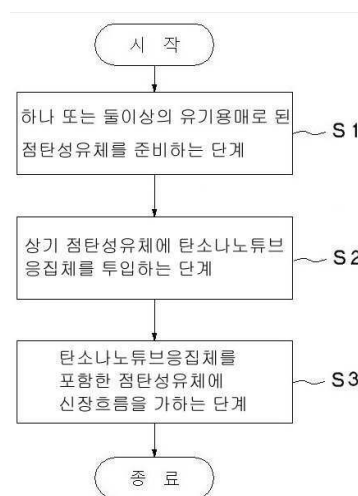
탄소나노튜브 응집체를 투입하여 상기 점탄성유체의 농도(ϕ)가 0.01 내지 10wt%가 되도록 하는 단계; 및 (c) 상기 탄소나노튜브 응집체가 투입된 점탄성유체를 하기 식 (1)에 따르는 겔보기신장속도 0.1 내지 5(1/s)로 회전시키며 분산하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법과,

$$\text{겔보기신장속도} = \frac{V_{\text{end}}}{b} \dots \dots \dots (1)$$

(V_{end} : $2\pi r\omega$, r : 회전반지름, b : 축간 거리)

이러한 방법에 의하여 0.01 내지 10wt%로 균일하게 분산된 탄소나노튜브를 포함하는 폴리부텐조성물로서, 탄소나노튜브를 강산 등으로 표면개질을 하지 않아서 그 기계적, 전기적 물성을 그대로 유지되고 환경친화적이며, 전계 방출표시소자의 전자방출원으로서 전기장 내에서 전자방출효율이 우수한 특징이 있다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

- (a) 하나 또는 둘 이상의 유기용매를 혼합하여, 점탄성유체를 준비하는 단계;
- (b) 상기 점탄성유체에 탄소나노튜브 응집체를 투입하여 상기 점탄성유체의 농도(ϕ)가 0.01 내지 10wt%가 되도록 하는 단계; 및
- (c) 상기 탄소나노튜브(CNT) 응집체가 투입된 점탄성유체를 하기 식 (1)에 따르는 겔보기신장속도 0.1 내지 5(1/s)로 회전시키며 분산하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법.

겔보기신장속도 $= \frac{V_{end}}{b}$ (1)

(V_{end} : $2\pi r\omega$, r : 회전반지름, b : 축간 거리)

청구항 2

- 제 1 항에 있어서,
- 상기 CNT를 함유한 점탄성유체의 점성도(η_s)는 하기 식 2를 따르는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법.

$\eta_s = \eta_m(1 + \alpha\phi)$ (2)

(η_s : CNT를 함유한 점탄성유체의 점성도, η_m : 점탄성유체의 점성도, α : 형태 인자)

청구항 3

- 제 1 항에 있어서,
- 상기 (a)단계에서 점탄성유체는 맥스웰완화시간이 0.1 내지 12(sec)인 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법.

청구항 4

- 제 1 항에 있어서,
- 상기 (a)단계에서 점탄성유체는 폴리부텐(polybutene)과 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)이 혼합된 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법.

청구항 5

- 제 4 항에 있어서,
- 상기 폴리부텐(polybutene)에 대하여 상기 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)이 0.01 내지 1wt%인 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법.

청구항 6

- 제 4 항에 있어서,
- 상기 폴리부텐(polybutene)은 수평균분자량이 800 내지 1,200이고, 상기 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)은 중량평균분자량이 500,000 내지 3,000,000인 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

상기 (a)단계에서 점탄성유체는 폴리아크릴아미드(polyacrylamide)와 콘시럽(corn syrup)이 혼합된 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법.

청구항 8

제 1 항에 있어서,

상기 (a)단계에서 점탄성유체는 중량평균분자량이 30,000 내지 50,000인 폴리스타이렌(polystyrene)에 대하여 중량평균분자량이 3,000,000 내지 18,000,000인 폴리스타이렌이 1wt% 인 혼합물과 DOP(di-2-ethylhexyl phthalate)이 혼합된 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법.

청구항 9

제 7 항에 있어서,

상기 폴리아크릴아미드(polyacrylamide)는 중량평균분자량이 500,000 내지 3,000,000인 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법.

청구항 10

제 4 항에 있어서,

상기 (a) 단계에는 상기 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)을 휘발성유기용매에 용해하여 상기 폴리부텐(polybutene)에 가하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법.

청구항 11

제 10 항에 있어서,

상기 휘발성유기용매는 2-클로로프로판(2-chloropropane)인 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법.

청구항 12

제 1 항에 있어서,

상기 탄소나노튜브 응집체는 단층(singled-wall)탄소나노튜브 또는 다층(multi-wall)탄소나노튜브인 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법.

청구항 13

제 1 항의 방법에 따라 0.01 내지 10wt%로 균일하게 분산된 탄소나노튜브 및 0.01 내지 1wt%의 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)을 포함하는 폴리부텐조성물.

청구항 14

삭제

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법 및 이에 의한 폴리부텐조성물로서, 더욱 상세하게는 탄소나노튜브를 강산 등으로 표면개질을 하지 않아서 그 기계적, 전기적 물성을 그대로 유지되고 환경친화적이

며, 전계방출표시소자의 전자방출원으로서 전기장 내에서 전자방출효율이 우수한 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산하는 방법 및 이에 의한 폴리부텐조성물에 관한 것이다.

- <15> 일반적으로 탄소나노튜브는 하나의 탄소 원자에 이웃하는 세 개의 탄소 원자가 결합되어 있으며, 이러한 탄소 원자간의 결합에 의해서 육각 환형이 이루어지고, 이들이 벌집형태로 반복된 평면이 말려 원통형 튜브를 이룬 물질로 나노미터 크기의 구조를 가지며, 탄력성, 강도, 유연성 등 독특한 특징으로 인하여 산업의 여러 분야에 응용되고 있으며, 이러한 탄소나노튜브는 1991년 이지마(Iijima)에 의해 두 흑연봉 사이의 아크 방전을 통하여 생성되었고, 그 이후에 다양한 방법에 의해서 합성되고 있으며 그 특성 및 응용에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다.
- <16> 현재 알려진 합성법으로는 아크 방전법 (arc discharge), 레이저 기화법 (laser evaporation), CVD(thermal chemical vapor deposition)법, 촉매적 합성법, 플라즈마(plasma) 합성법 등 다양한 방법들이 사용되고 있다. 이러한 방법들은 수백 내지 수천 도의 높은 온도 범위 조건으로 탄소나노튜브를 합성하거나 또는 진공 하에서 수행하는 등 격렬한 반응조건 하에서 탄소나노튜브를 합성하는 특징이 있다.
- <17> 또한, 상술한 탄소나노튜브 합성에 관한 많은 연구가 이루어지고 있는 것은, 이와 같은 형상학적인 특성과 화학적 결합에서 비롯되는 우수한 열적, 기계적, 전기적 특성 때문이다. 위와 같은 특성을 이용할 경우, 기존 소재로는 기술적 한계가 있는 다양한 분야, 예를 들면 이차전지, 양자체, 전계방출표시소자인 FED(Field Emission Display)의 전자 방출 팁, LCD용 배광(back-light) 장치, 조명용 신호등, 뛰어난 이차전지 증폭 특성을 이용한 전자증폭소자 등에서 많은 제품들을 개발해 낼 수 있을 뿐만 아니라, 이미 개발된 제품에 지금까지는 나타나지 않았던 특성을 부여할 수 있을 것으로 기대되고 있다.
- <18> 그러나, 현재까지의 기술적 방법들은 탄소나노튜브가 공정 중에 응집되는 것을 방지하기 위해서 분산제, 계면활성제, pH 조절을 위한 첨가제 등 다종의 화합물질을 사용하고 있다. 이러한 화합물질을 첨가할 경우 공정이 복잡해지고, 이에 따른 비용증가, 첨가제에 의한 환경오염등의 문제가 있었다.
- <19> 또한, 탄소나노튜브가 첨가된 기능성 복합재료를 만들기 위해서는 탄소나노튜브의 다발들을 효과적으로 용매에 분산시키는 것이 중요하다. 일 예로서 탄소나노튜브가 분산된 초고강도 고분자 복합재료를 만들기 위해서는 고분자 매트릭스(matrix)에 탄소나노튜브를 균일하게 분산시킬 수 있어야 한다. 그런데, 탄소나노튜브는 단위 무게당 표면적이 아주 크며 탄소나노튜브 상호간의 작용력이 상대적으로 아주 크기 때문에 용매에 대해 매우 낮은 분산도를 가지고 있는 문제점이 있었다.
- <20> 이러한 문제점을 개선하고자 탄소나노튜브에 대해 화학적 및 물리적 전처리 (pre-treatment)과정을 통해 분산력을 갖게 하여 고분자 재료와 혼합될 수 있는 방법에 관한 기술들이 많이 연구되고 있다.
- <21> 현재까지 알려진 방법으로는 탄소나노튜브 소재 자체의 분산성을 높이기 위하여 황산, 염산, 질산 등의 강산성 용액으로 탄소나노튜브 표면을 산화시키는 방법이 있는데, 예를 들면 대한민국등록특허공보 제364095호 등에서는 산을 기본으로 하여 탄소나노튜브를 처리하는 방법이 개시되어 있다. 그러나, 산성용액을 사용하여 탄소나노튜브를 화학적으로 처리하는 방법으로서, 다량의 산성용매를 사용하는 각 처리 단계마다 원심분리 및 필터에 의한 분리 추출을 반복하므로 수율이 낮고, 처리과정이 복잡할 뿐만 아니라, 처리과정에 많은 시간이 소요되어 비용증가의 문제가 있으며, 처리과정에서 생성되는 화합물질의 부산물에 대한 처리가 어렵고, 또한 부산물에 의한 환경오염이 발생하는 문제점이 있었다.
- <22> 한편, 대한민국공개특허공보 제2003-0086442호에는 탄소나노튜브에 유기분자를 화학적, 물리적으로 결합하는 기술이 공개되어 있으나, 이는 탄소나노튜브의 표면에 유기 관능기가 포함되어 있어 반응 과정이 복잡하고, 비용이 많이 소요되는 단점이 있었다.
- <23> 한편, 전계방출표시소자는 양자역학적인 터널링 효과를 이용하여 캐소드 전극에 구비된 전자 방출원으로부터 전자를 방출시키고, 방출된 전자를 애노드 전극에 마련된 형광층에 충돌시키면 형광체가 형광현상을 일으키게 되어 이를 천연색의 영상장치에 이용하게 된다.
- <24> 이때, 상기 전자 방출원은 선단이 뾰족한 종래의 스피인트(spindt) 타입을 대체하여 캐소드 전극 위에 평탄하게 형성되는 구조가 주로 사용되고 있다. 이러한 면타입 전자 방출원은 탄소나노튜브 또는 흑연과 같은 탄소계 물질을 스크린 프린트와 같은 후막 공정으로 도포한 다음 소성하는 과정을 통해 완성되며, 스피인트 타입 전자 방출원과 비교하여 제조 공정이 비교적 단순하고, 대면적 표시장치 제작에 유리한 장점을 갖는다.
- <25> 그러나, 종래 탄소나노튜브가 적층된 캐소드(cathode)전극 표면은 크랙 부분에 탄소나노튜브가 다리처럼 연결되

어 있어, 탄소나노튜브들은 양방향으로 고정되어 있다. 이렇게 양방향으로 고정되어 있는 탄소나노튜브는 전기장 방향으로 배향되지 못하여 전자방출이 효율적으로 이루어지지 못하는 문제가 있었다.

<26> 이의 해결을 위해 대한민국공개특허공보 제2005-0047290호에서는 기관의 전면에 탄소나노튜브를 포함하는 페이스트 조성물을 도포한 후 소성하여 전자방출원을 형성하고, 상기 전자방출원에 전자빔을 조사하여 탄소나노튜브를 절단(cutting)하는 제조방법이 개시되고 있으나, 통상의 탄소나노튜브입자들이 응집된 응집체를 페이스트상으로 그대로 사용하고 있어서 전계장에서의 유효한 전자의 이용효율에 근본적인 해결책을 제시하지 못하는 문제점이 있었다.

<27> 또한, 탄소나노튜브의 직접성장을 수행하기 위하여 화학기상증착법에 의하여 다공질형태의 기관의 상부에 탄소나노튜브를 성장시키거나 HF 처리, NH₃가스 처리 등을 한 후 탄소나노튜브를 성장시키는 기술들이 나타나고 있으나, 이 과정들은 기관처리과정이 복잡하여 수율이 낮고 직경 조절이 어려운 문제가 있었고, 이러한 문제를 해결하기 위하여, 대한민국등록특허공보 제513713호에서는 전이금속박막을 형성하여 그 상부에 탄소나노튜브를 성장시키는 방법을 개시하고 있으나, 이 역시 상기 전이금속박막을 형성시키는 공정이 복잡하고 처리시간이 긴 문제를 여전히 안고 있었다.

<28> 한편, 최근에 Zeng 등은 Microelectronics Journal (2005년)에서 공기중 300 °C에서 유기바인더 제거 후 플라스틱 테이프를 이용하여 방출전자를 증가시키는 기술을 공개하였으나, 탄소나노튜브의 탈착현상과 사용되는 접착테이프로 인해 불순물이 개재되는 문제가 있었다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

<29> 따라서, 본 발명이 이루고자 하는 첫번째 기술적 과제는 탄소나노튜브를 강산 등으로 표면개질을 하지 않아서, 그 전기적 물성을 그대로 유지할 수 있으며, 환경친화적이고, 전계방출표시소자의 전자방출원으로서 전자방출효율을 증가시키는 유기용매내에서 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법을 제공하는 것이다.

<30> 또한, 본 발명이 이루고자 하는 두번째 기술적 과제는 탄소나노튜브를 강산 등으로 표면개질을 하지 않아서, 그 전기적 물성을 그대로 유지할 수 있으며, 환경친화적이고, 전계방출표시소자의 전자방출원으로서 전자방출효율을 증가시키는 폴리부텐조성물을 제공하는 것이다.

발명의 구성 및 작용

<31> 본 발명은 상기 첫번째 기술적 과제를 달성하기 위하여,

<32> (a) 하나 또는 둘 이상의 유기용매를 혼합하여, 점탄성유체를 준비하는 단계;

<33> (b) 상기 점탄성유체에 탄소나노튜브 응집체를 투입하여 상기 점탄성유체의 농도(ϕ)가 0.01 내지 10wt%가 되도록 하는 단계; 및

<34> (c) 상기 탄소나노튜브 응집체가 투입된 점탄성유체를 하기 수학식 (1)에 따르는 겔보기신장속도 0.1 내지 5(1/s)로 회전시키며 분산하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법을 제공한다.

수학식 1

$$\text{겔보기신장속도} = \frac{V_{end}}{b}$$

<35>

<36> (V_{end} : $2\pi r\omega$, r : 회전반지름, b : 축간 거리)

<37> 본 발명의 일 실시예에 의하면, 상기 점탄성유체의 점성도(η)는 하기 수학식 2를 따르는 것일 수 있다.

수학식 2

$$\eta_s = \eta_m(1 + \alpha\phi) \quad \dots \dots \dots (2)$$

- <39> (η_s : CNT함유점탄성유체의 점성도, η_m : 점탄성유체의 점성도, α : 형태 인자)
- <40> 아울러, 상기 (a)단계에서 점탄성유체는 맥스웰완화시간이 0.1 내지 12(sec)일 수 있다.
- <41> 또한, 상기 (a)단계에서 점탄성유체는 폴리부텐(polybutene)과 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)이 혼합된 것일 수 있다.
- <42> 아울러, 상기 폴리부텐(polybutene)에 대하여 상기 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)이 0.01 내지 1wt%일 수 있다.
- <43> 또한, 상기 폴리부텐(polybutene)은 수평균분자량이 300 내지 1,200이고, 상기 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)은 중량평균분자량이 500,000 내지 3,000,000일 수 있다.
- <44> 또한, 상기 (a)단계에서 점탄성유체는 폴리아크릴아미드(polyacrylamide)와 콘시럽(corn syrup)이 혼합된 것일 수 있다.
- <45> 아울러, 상기 (a)단계에서 점탄성유체는 중량평균분자량이 30,000 내지 50,000인 폴리스타이렌(polystyrene)에 대하여 중량평균분자량이 3,000,000 내지 18,000,000인 폴리스타이렌이 1wt% 인 혼합물과 DOP(di-2-ethylhexyl phthalate)이 혼합된 것일 수 있다.
- <46> 또한, 상기 폴리아크릴아미드(polyacrylamide)는 중량평균분자량이 500,000 내지 3,000,000일 수 있다.
- <47> 아울러, 상기 (a) 단계에는 상기 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)을 휘발성유기용매에 용해하여 상기 폴리부텐(polybutene)에 가하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- <48> 또한, 상기 휘발성유기용매는 2-클로로프로판(2-chloropropane)일 수 있다.
- <49> 아울러, 상기 탄소나노튜브 응집체는 단층(singled-wall) 탄소나노튜브 또는 다층(multi-wall) 탄소나노튜브일 수 있다.
- <50> 한편, 본 발명은 상기 두번째 기술적 과제를 달성하기 위하여,
- <51> 상기 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법에 의하여 균일하게 분산된 탄소나노튜브를 포함하는 폴리부텐조성물을 제공한다.
- <52> 본 발명의 다른 실시예에 의하면, 상기 폴리부텐조성물은 0.01 내지 1wt%의 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)을 더 포함할 수 있다.
- <53> 이하, 본 발명의 바람직한 실시예를 첨부도면에 의거하여 상세히 설명하기로 한다.
- <54> 그러나, 다음에 예시하는 본 발명의 실시예는 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 다음에 상술하는 실시예에 한정되는 것은 아니다. 본 발명의 실시예는 당 업계에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 보다 완전하게 설명하기 위하여 제공되어지는 것이다. 도면에서 막 또는 영역들의 크기 또는 두께는 명세서의 명확성을 위하여 과장되어진 것이다.
- <55> 도 1은 본 발명의 바람직한 일실시예에 따른 탄소나노튜브의 분산방법을 나타내는 분산순서도이다.
- <56> 도 1을 참조하면, 하나 또는 둘이상의 유기용매로 혼합되는 점탄성유체를 준비하는 단계인(S1단계), 본 발명에 따르는 탄소나노튜브의 분산방법은 기본적으로 점탄성유체의 신장흐름(extension flow)을 이용하고 있는데, 상기 신장흐름은 유체의 운동방향과 외부에서 가해지는 힘의 작용방향이 벡터적으로 일치되는 흐름을 말한다. 상기 탄소나노튜브는 그 입자의 크기가 매우 작을 뿐만 아니라, 지름 대 길이의 비(aspect ratio)가 매우 커서 각 탄소나노튜브들이 따로 존재하지 아니하고, 응집된 형태의 탄소나노튜브 응집체(nano-carbon tube agglomerate)를 형성하고 있다. 이러한 탄소나노튜브 응집체는 상기 유체의 신장흐름속에서 외부에서 가해지는 힘에 의하여, 다시 말하면, 연속된 신장흐름에 의하여 탄소나노튜브 응집체에 응력(stress)을 최대로 전달하게 되어 상기 탄소나노튜브 응집체 내부에 작용하는 반데르발스힘에 의한 상호작용력을 깨뜨리게 되고 이에 의하여 각각의 탄소나노튜브들이 점탄성유체내에 균일하게 단일방향으로 분산된다. 이렇게 상기 탄소나노튜브들이 점탄

성유체내에 단일방향으로 분산된 형태를 이하에서는 CNT함유점탄성유체라 한다.

- <57> 따라서, 상기 S1단계에서 사용되는 점탄성유체에 상술한 바와 같이 신장흐름이 가능한 용액인 한 특별히 제한할 필요는 없다. 예를 들면, 폴리부텐(polybutene)과 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)의 혼합물, 폴리아크릴아미드(polyacrylamide)와 콘시럽(corn syrup)의 혼합물 또는 중량평균분자량이 30,000 내지 50,000인 폴리스타이렌(polystyrene)에 대하여 중량평균분자량이 3,000,000 내지 18,000,000인 폴리스타이렌이 1wt% 인 혼합물과 DOP(di-2-ethylhexyl phthalate)이 혼합된 것이 바람직하다. 상술한 신장흐름이 적용되기 위하여 사용되는 점탄성유체는 소정 점성도를 가질 필요가 있다. 이는 점탄성유체의 운동방향에 외부에서 가해지는 힘의 방향이 벡터적으로 일치되어 탄소나노튜브 응집체의 분산이 가능해 지는 것이다. 또한, 외부에서 가해지는 힘이 상기 탄소나노튜브 응집체의 상호작용력을 파괴할 수 있기 위하여는 점탄성유체에 힘을 전달할 수 있는 소정 탄성을 가질 필요가 있다. 상기 탄성을 나타내는 기준으로서 맥스웰완화시간을 들 수 있다. 상기 점탄성유체의 맥스웰완화시간은 0.1 내지 12(sec)인 것이 바람직하다. 만일, 맥스웰완화시간이 0.1(sec) 미만이면, 외부에서 가해지는 힘에 의한 연속적인 신장흐름이 어렵고, 12(sec)를 초과하면, 투하되는 에너지가 커지게되어 비효율적 분산이 된다.
- <58> 한편, 상기 점탄성유체는 소정 점성도를 가질 필요가 있게 된다. 상기 점성도는 10 내지 80[Pas]인 것이 바람직하다. 만일, 상기 점성도가 10[Pas] 미만이면, 탄소나노튜브 응집체에 전달하는 응력이 적어 오히려 상기 탄소나노튜브 응집체의 표면에 효과적인 마찰을 적용하기 어려워 신장흐름을 유지하기 힘들고, 만일 상기 점성도가 80[Pas]를 초과하면, 신장흐름이 지속되는 시간동안에 점탄성유체의 고분자의 손상(degradation)이 초래되는 등의 물성변화가 초래되어 탄소나노튜브의 분산이 용이하지 않을 수 있을 뿐만 아니라, 분산 수행에 필요한 설비에 투하되는 에너지가 비효율적으로 증가되는 문제가 있다.
- <59> 또한, 상기 폴리부텐(polybutene)과 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)의 상대적인 혼합비율을 고려해 볼 필요가 있는데, 상술한 바와 같이, 상기 점탄성유체의 점성도가 10 내지 80[Pas]인 한 점탄성유체의 구성비율은 특별히 제한할 필요가 없는데, 예를 들면, 상기 폴리부텐(polybutene)에 대하여 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)이 0.01 내지 1wt%일 수 있다. 만일, 상기 폴리이소부틸렌이 0.01wt%미만이면, 상기 폴리부텐조성물의 점성도가 낮아져 전단흐름이 생겨 신장흐름의 효과가 떨어지며, 만일 상기 폴리이소부틸렌이 1wt%를 초과하면, 상온에서(약 25℃) 균일하게 폴리이소부틸렌이 혼합된 점탄성유체를 제조하기 어려운 문제가 있다.
- <60> 또한, 상기 폴리부텐(polybutene)은 수평균분자량이 300 내지 1,200이고, 상기 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)은 중량평균분자량이 500,000 내지 3,000,000일 수 있는데, 이 역시 상술한 것처럼 점탄성유체의 점성도에 영향을 미칠 있는 범위내에서 고려되는데, 만일, 상기 폴리부텐(polybutene)은 수평균분자량이 300 미만이면, 점성도가 너무 낮아지게 되어 신장흐름의 적용이 어렵다. 만일, 상기 폴리부텐의 수평균분자량이 1,200을 초과하면, 혼합되는 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)과 혼합비율을 조절하기 어렵다. 또한, 상기 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)의 중량평균분자량이 500,000 미만이면, 점성도가 낮아지고, 3,000,000을 초과하면, 상기 폴리부텐과 상온에서 혼합하기 어려운 문제가 있고 또한, 분산 단계에서 분산장비에 과도한 토크(torque)가 걸리는 문제가 있다.
- <61> 또한, 상술한 바와 같이 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)을 폴리부텐(polybutene)과 혼합하는 경우에, 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)이 잘 용해되지 않아서, 상기 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)을 미리 녹여서 상기 폴리부텐(polybutene)과 혼합할 필요가 있다. 여기서, 상기 폴리이소부틸렌을 미리 녹일 수 있는 용매는 점탄성유체에서 용이하게 제거될 수 있는 한 당업계에서 통상 이용하는 용매를 사용할 수 있으나, 휘발성을 가진 물질이 바람직하다. 상기 휘발성을 가진 용매로는 2-클로로프로판(2-chloropropane)이 바람직하다.
- <62> 다음으로, S1단계에서 준비된 점탄성유체에 탄소나노튜브 응집체를 투입하여 일정농도의 점탄성유체를 만드는 단계인데(S2단계), 여기서 상기 탄소나노튜브 응집체는 점탄성유체에 대하여 0.01 내지 10 wt%가 바람직하다. 만일, 상기 탄소나노튜브 응집체가 0.01wt% 미만이면, 분산되는 탄소나노튜브 응집체의 양이 너무 적어서 전계 방출표시소자의 전자방출원으로서 전자방출효율을 높이기 어렵고, 만일 10wt%를 초과하면, 상기 탄소나노튜브 응집체가 신장흐름에 의하여 탄소나노튜브입자로 분산되지 않을 수 있다. 다시 말하면, 이는 탄소나노튜브 응집체에 신장흐름에 의한 수력학적 상호작용(hydrodynamic interaction)으로 인해 상기 탄소나노튜브 응집체의 상호작용력을 파괴하여 점탄성유체에 탄소나노튜브들이 분산되도록 하는 것이 아니라, 오히려 탄소나노튜브 응집체들간의 상호작용에 의하여 점탄성유체의 점성도에 영향을 미치게 되어 분산 효과가 저하될 수 있기 때문이다.
- <63> 또한, 상기 탄소나노튜브 응집체는 지름 대 길이의 비(aspect ratio)가 커서 서로 엉켜서 응집될 수 있는 한 그 종류를 특별히 제한할 필요는 없다. 예를 들면, 아크 방전법(arc discharge), 레이저 기화법(laser evaporation), CVD(thermal chemical vapor deposition)법, 촉매적 합성법, 플라즈마(plasma) 합성법 등 다양

한 제법에 의한 단층(singled-wall)탄소나노튜브 또는 다층(multi-wall)탄소나노튜브가 바람직하다.

- <64> 상기 탄소나노튜브 응집체를 도 2를 통하여 살펴본다. 도 2는 본 발명의 다른 실시예에 사용된 탄소나노튜브 응집체의 전자현미경사진이다.
- <65> 도 2를 참조하면, 지경이 약 20nm인 탄소나노튜브입자들이 큰 지름 대 길이의 비에 의한 상호작용력으로 서로 엉켜있음을 볼 수 있다. 도 2(a)는 본 발명에 사용된 탄소나노튜브 응집체를 250배로 확대한 사진이고, 도 2(b)는 6만배로 확대한 사진이며, 도 2(c)는 2십만배로 확대한 사진인데, 특히, 도 2(b)에서 상기 탄소나노튜브 응집체가 엉켜져 있는 형상을 명확하게 확인할 수 있다. 또한, 이렇게 엉켜있는 탄소나노튜브 응집체가 수력학적 상호작용에 의한 응력을 받는 경우에 일어나는 현상을 모식적으로 도 3을 통하여 살펴볼 수 있다.
- <66> 도 3은 본 발명의 다른 실시예에 의한 신장흐름의 응력에 의하여 탄소나노튜브 응집체의 상호작용력이 파괴되어 분산되고 있는 형상을 모식적으로 나타낸 그림이다. 도 3을 참조하면, 신장흐름 전과 신장흐름 후의 탄소나노튜브 응집체가 분산되어 탄소나노튜브로 균일하게 단일방향으로 배열되고 있음을 알 수 있다.
- <67> 다음으로, S2단계에서 준비된 탄소나노튜브 응집체가 투입된 점탄성유체에 신장흐름을 가하는 단계인데(S3단계), 이를 도 4를 통하여 설명한다. 도 4는 본 발명의 다른 실시예에 의한 신장흐름을 나타내는 모식도이다. 도 4를 참조하면, 본 발명의 신장흐름은 일정한 주기로 상기 신장흐름 사이에 완화흐름이 연속적으로 반복되고 있음을 볼 수 있다. 이러한 연속적인 신장흐름은 기구장치적으로 실현될 수 있는 바, 이에 대하여 도 5 내지 도 7을 통하여 개략적으로 살펴본다.
- <68> 도 5는 본 발명의 다른 실시예에 사용된 연신혼합기의 전체적인 구성을 개략적으로 도시한 구성도이고, 도 6은 본 발명의 다른 실시예에 사용된 연신혼합기의 고정바와 회전바의 구성을 보여주기 위한 일부구성도이고, 도 7은 도 6의 고정바와 회전바를 측면에서 본 상태를 도시한 일부구성도이다.
- <69> 도 5 내지 도 7을 참조하면, 상기 연신혼합기는 연신혼합부(10), 동력전달부(20), 동력발생부(30), 신호처리부(40) 및 모니터링부(50)를 포함하여 신장흐름을 가능하게 하여 점탄성유체를 균일하게 혼합하는 장치이며, 상기 연신혼합부(10), 동력전달부(20) 및 동력발생부(30)는 하부플레이트(1)상에 설치된 수직지지대(2)와 수직지지패널(3,4)을 통하여 상호연결되도록 설치되어 있다.
- <70> 상기 연신혼합부(10)는 고정바(11)와 한쌍의 회전부재(18,18')로 구성되어 있는데, 상기 고정바(11)는 도 6와 도 7에서 알 수 있는 바와 같이 하부플레이트(1)의 일측에 설치된 수직지지대(2)의 상부 일측에 수평으로 장착되어 있으며, 상기 회전부재(18,18')는 고정바(11)에 대향하도록 하부플레이트(1)의 타측에 설치된 수직지지패널(3)에 장착되어 있다.
- <71> 상기 고정바(11)의 종방향으로 일정간격을 두고 적어도 2개 이상의 걸림편(15)이 설치되는데, 이는 분산공정을 수행하는 동안에 점탄성유체의 이탈을 방지하기 위하여 점탄성유체를 상기 걸림편(15)들 사이에 개재시킨 상태에서 분산을 수행하기 위한 것으로서, 걸림편(15)이 2개인 경우 그 사이에 하나의 점탄성유체를 개재시킬 수 있고, 걸림편(15)이 3개인 경우 각 걸림편(15)들 사이에 두개의 점탄성유체를 개재시킬 수 있으며, 그 이상의 여러 개의 점탄성유체를 동시에 혼합시키기 위해서는 그에 따른 필요한 수의 걸림편(15)을 설치할 수 있다.
- <72> 상기 한쌍의 회전부재(18,18')는 도 6과 도 7에서 알 수 있는 바와 같이 고정바(11)를 중심으로 상기 고정바(11)에 대향하는 수직지지패널(3) 상부의 좌우 양측으로 장착되어 있으며, 상기 한쌍의 회전부재(18,18')는 수직지지패널(3)을 관통하는 한쌍의 회전축(21,21')과 각각 결합되어 상기 회전축(21,21')으로부터 회전동력을 전달받는 한쌍의 베이스(12,12')와, 상기 베이스(12,12')로부터 회전축(21,21')에 대해 직각방향으로 연장된 한쌍의 아암(13,13')과, 상기 아암(13,13')의 단부에서 축방향으로 돌출결합되어 고정바(11)와 평행을 이루는 한쌍의 회전바(14,14')로 구성되어 있다.
- <73> 따라서, 상기 회전바(14,14')가 점탄성유체를 개재하여 고정바(11)를 중심으로 회전하게 되면 점탄성유체는 회전바(14,14')와 고정바(11)간의 거리변화에 따라 연속적인 신장흐름이 가능해진다.
- <74> 상기 회전바(14,14')에는 상기 고정바(11)의 걸림편(15)들 간의 거리와 일치하도록 고정바(11)와 마찬가지로 각각의 회전바(14,14')에 종방향으로 일정 간격씩 적어도 2개 이상의 걸림편(16,16')이 설치되는데, 이는 위에서 설명한 바와 같이 고정바(11)의 걸림편(15)과 회전바(14,14')의 걸림편(16,16')사이에 점탄성유체를 개재시키기 위한 것으로서, 상세한 설명은 전술한 바와 같아 생략한다.
- <75> 한편, 상기 점탄성유체는 양쪽 회전바(14,14') 사이에 걸려진 상태에서 연신혼합부에서 신장흐름을 수행하게 된

다.

<76> 도 6과 도 7에서 알 수 있는 바와 같이, 상기 신장흐름은 중앙의 고정바(11)를 중심으로 양쪽의 두 회전바(14, 14')가 회전함으로써 이루어지며, 상기 회전바(14, 14')의 회전에 따라 점탄성유체는 신장흐름이 가능해지는 것이다. 상기 고정바(11)는 하부플레이트(1)에 고정된 수직지지대(2)의 상측에 고정되어 있고, 회전하는 한쌍의 회전바(14, 14')는 수직지지대(3)의 전면에 장착되어 있으며, 상기 회전바(14, 14')는 각 물질의 유변학적 성질과 양에 따라 혼합특성에 알맞는 형태로 교체하여 장착할 수 있다.

<77> 한편, 상술한 바와 같이 신장흐름에서 CNT함유점탄성유체의 점성도(η_s)는 하기 식 2를 따른다.

<78>
$$\eta_s = \eta_m(1 + \alpha\phi) \quad \dots \dots \dots (2)$$

<79> (η_s : CNT함유점탄성유체의 점성도, η_m : 점탄성유체의 점성도, α : 형태 인자)

<80> 상기 식 2는 CNT함유점탄성유체의 점성도(η_s)가 점탄성유체의 점성도(η_m)와 탄소나노튜브 응집체의 농도(ϕ)에 의존하고 있음을 알 수 있다. 또한, 상기 α 는 형태 인자로서, 점탄성유체내에 분산되어 있는 입자들의 형태 또는 형상이 상기 점탄성유체의 점성도에 미치는 요인을 말하는데, 탄소나노튜브 응집체의 경우에는 5/2가 된다. 여기서, 상기 탄소나노튜브 응집체의 농도(ϕ)는 0.01 내지 10wt%임은 전술한 바와 같다.

<81>
$$\text{겉보기신장속도} = \frac{V_{end}}{b} \quad (1)$$

<82> (V_{end} : $2\pi r\omega$, r : 회전반지름, b : 축간 거리)

<83> 또한, 상기 CNT함유점탄성유체를 상기 식 (1)에 따르는 겉보기신장속도 0.1 내지 5(1/s)로 회전시키며 분산하는데, 만일, 분산속도가 0.1(1/s)미만이면, 탄소나노튜브 응집체의 상호작용력을 파괴할 만한 신장흐름을 만들기 어렵고, 5(1/s)을 초과하면, 상기 탄소나노튜브 응집체를 분산하기에 충분한 응력이 발생될 수 있으나, 분산되는 상기 탄소나노튜브들이 응력을 견디지 못하여 조각조각 단편화되는 문제가 있다.

<84> 한편, 본 발명의 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법에 의하여 단일방향으로 분산된 탄소나노튜브를 전자방출원으로서 이용하는 방법에 대하여 간단하게 살펴본다.

<85> 먼저, 본 발명에 의하여 탄소나노튜브가 단일방향으로 분산된 CNT함유점탄성유체를 전계방출표시소자의 캐소드(cathode)전극의 상부에 적층한다.

<86> 여기서, 적층하는 방법으로는 당업계에서 통상 사용하는 방법인 한 특별하게 제한하지는 않으나, 바람직하게는 스크린프린트방법을 이용할 수 있다. 또한, 상기 CNT함유점탄성유체는 폴리아크릴아미드(polyacrylamide)와 콘시럽(corn syrup)이 혼합된 것 또는 폴리부텐(polybutene)과 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)이 혼합된 것이 바람직한데, 기타의 특징에 관하여는 상술한 바와 동일 또는 유사하여 상세한 설명은 생략한다.

<87> 이때, 적층하는 패턴으로는 공지된 이극관(diode) 구조의 전자방출원 또는 삼극관(triode) 구조의 전자방출원으로 사용되는 경우에 캐소드전극의 상부에 적층되도록 소정 설계된 대로 형성된다.

<88> 다음으로, 탄소나노튜브를 남기고 폴리부텐조성물과 같은 점탄성유체를 제거할 필요가 있는데, 이를 위하여 건조 및 소성을 거칠 수 있다. 상기 건조 및 소성에 관하여는 공지된 공정조건으로 수행할 수 있으며, 통상 150 내지 550℃의 범위에서 행한다. 여기서는 전계방출표시소자를 예를 들어 설명하였으나, 이에 의하여 본 발명이 한정되는 것은 아니다.

<89> 한편, 본 발명에 따르는 폴리부텐조성물을 살펴본다.

<90> 또한, 상기 폴리부텐조성물에는 폴리이소부틸렌이 0.01 내지 1wt%로 첨가되는데, 만일 상기 폴리이소부틸렌이 만일, 상기 폴리이소부틸렌이 0.01wt%미만이면, 상기 폴리부텐조성물의 점성도가 낮아져 전단흐름이 생겨 신장흐름의 효과가 떨어지며, 만일 상기 폴리이소부틸렌이 1wt%를 초과하면, 상온에서(약 25℃) 균일하게 폴리이소

부틸렌이 혼합된 점탄성유체를 제조하기 어려운 문제가 있다.

- <91> 또한, 상기 폴리부텐(polybutene)은 수평균분자량이 300 내지 1,200이고, 상기 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)은 중량평균분자량이 500,000 내지 3,000,000일 수 있는데, 이 역시 상술한 것처럼 점탄성유체의 점성도에 영향을 미칠 있는 범위내에서 고려되는데, 만일, 상기 폴리부텐(polybutene)은 수평균분자량이 300미만이면, 점성도가 너무 낮아지게 되어 신장흐름의 적용이 어렵다. 만일, 상기 폴리부텐의 수평균분자량이 1,200을 초과하면, 혼합되는 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)과 혼합비율을 조절하기 어렵다. 또한, 상기 폴리이소부틸렌(polyisobutylene)의 중량평균분자량이 500,000 미만이면, 점성도가 낮아지고, 3,000,000을 초과하면, 상기 폴리부텐과 상온에서 혼합하기 어려운 문제가 있고 또한, 분산 단계에서 분산기구에 과도한 토크(torque)가 걸리는 문제가 있다.
- <92> 아울러, 상기 폴리부텐조성물에는 탄소나노튜브가 0.01 내지 10wt%로 균일하게 분산된다. 만일, 상기 탄소나노튜브 응집체가 0.01wt% 미만이면, 분산되는 탄소나노튜브 응집체의 양이 너무 적어서 전계방출표시소자의 전자 방출원으로서 전자방출효율을 높이기 어렵고, 만일 10wt%를 초과하면, 상기 탄소나노튜브 응집체가 신장흐름에 의하여 탄소나노튜브입자로 분산되지 않을 수 있다. 다시 말하면, 이는 탄소나노튜브 응집체에 신장흐름에 의한 수력학적 상호작용(hydrodynamic interaction)으로 인해 상기 탄소나노튜브 응집체의 상호작용력을 파괴하여 점탄성유체에 탄소나노튜브들이 분산되도록 하는 것이 아니라, 오히려 탄소나노튜브 응집체들간의 상호작용에 의하여 점탄성유체의 점성도에 영향을 미치게 되어 분산 효과가 저하될 수 있기 때문이다.
- <93> 한편, 상기 폴리부텐조성물에는 탄소나노튜브가 단일방향으로 균일하게 분산되는데, 여기서 상기 폴리부텐조성물내에 탄소나노튜브를 균일하게 분산하는 방법은 전술한 바와 같이, 본 발명에 의한 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법에 의한다.
- <94> 상기 신장흐름은 유체의 운동방향과 외부에서 가해지는 힘의 작용방향이 백터적으로 일치되는 흐름을 말한다. 상기 탄소나노튜브는 그 입자의 크기가 매우 작을 뿐만 아니라, 지름 대 길이의 비(aspect ratio)가 매우 커서 각 탄소나노튜브들이 따로 존재하지 아니하고, 응집된 형태의 탄소나노튜브 응집체(nano-carbon tube agglomerate)를 형성하고 있다.
- <95> 이러한 탄소나노튜브 응집체는 상기 유체의 신장흐름속에서 외부에서 가해지는 힘에 의하여, 다시 말하면, 연속된 신장흐름에 의하여 탄소나노튜브 응집체에 응력(stress)을 최대로 전달하게 되어 상기 탄소나노튜브 응집체 내부에 작용하는 상호작용력을 깨뜨리게 되고 이에 의하여 각각의 탄소나노튜브가 폴리부텐조성물 내에 균일하게 단일방향으로 분산된다.
- <96> 한편, 상기 탄소나노튜브는 지름 대 길이의 비(aspect ratio)가 커서 서로 엉켜서 응집될 수 있는 한 그 종류를 특별히 제한할 필요는 없다. 예를 들면, 아크 방전법(arc discharge), 레이저 기화법(laser evaporation), CVD(thermal chemical vapor deposition)법, 촉매적 합성법, 플라즈마(plasma) 합성법 등 다양한 제법에 의한 단층(singled-wall) 탄소나노튜브 또는 다층(multi-wall) 탄소나노튜브가 바람직하다.
- <97> 이하, 본 발명의 실시예를 살펴본다. 그러나, 본 실시예에 의하여 동일 또는 균등한 사상적 범위내에서 본 발명이 제한되는 것은 아니다.
- <98> 실시예 1
- <99> 1-(1) 점탄성유체의 제조
- <100> 수평균 분자량(M_n)이 920인 폴리부텐(polybutene, Aldrich Chem. Co.)용액에 대하여 0.01wt%의 폴리이소부틸렌(polyisobutylene, M_w : 500K, Aldrich Chem. Co.)를 혼합하여 점탄성유체를 제조하였다.
- <101> 1-(2) CNT함유점탄성유체의 분산
- <102> 상기 1-(1)에서 제조된 점탄성유체와 직경 10-50nm이고, 길이 10-50 μ m인 다층(multi-wall) 탄소나노튜브 응집체(CNT, ILSIN Nanotech Co. Product) 0.01wt%를 연신혼합기에 투입하고 상기 연신혼합기의 겉보기신장속도를 3.28[1/s]로 고정하여 분산시켰다.
- <103> 비교예 1
- <104> 상기 실시예 1-(2)의 CNT함유점탄성유체를 상기 연신혼합기의 겉보기신장속도 5.5[1/s]로 고정하여 분산시킨 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 하여 분산시켰다.

- <105> 실시예 2
- <106> 상기 실시예 1-(1)에서 수평균 분자량(M_n)이 920인 폴리부텐(polybutene, Aldrich Chem. Co.)용액에 대하여 0.5wt%의 폴리이소부틸렌(polyisobutylene, M_w : 500K, Aldrich Chem. Co.)을 혼합하고, 상기 실시예 1-(2)에서 다층(multi-wall) 탄소나노튜브 응집체(CNT, ILSIN Nanotech Co. Product)를 5wt% 투입한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하여 분산시켰다.
- <107> 실시예 3
- <108> 상기 실시예 1-(1)에서 수평균 분자량(M_n)이 920인 폴리부텐(polybutene, Aldrich Chem. Co.)용액에 대하여 1wt%의 폴리이소부틸렌(polyisobutylene, M_w : 500K, Aldrich Chem. Co.)을 혼합하고, 상기 실시예 1-(2)에서 다층(multi-wall) 탄소나노튜브 응집체(CNT, ILSIN Nanotech Co. Product)를 10wt% 투입한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하여 분산시켰다.
- <109> 비교예 2
- <110> 상기 실시예 1-(2)에서 다층(multi-wall) 탄소나노튜브 응집체(CNT, ILSIN Nanotech Co. Product)를 12wt% 투입한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하여 분산시켰다.
- <111> 비교예 3
- <112> 상기 실시예 1-(2)에서 직경 10-50nm이고, 길이 10-50 μ m인 다층(multi-wall) 탄소나노튜브 응집체(CNT, ILSIN Nanotech Co. Product)를 투입하는 대신에, 폴리아크릴레이트(polyacrylate) 재질의 평균 직경 10 μ m인 구형입자를 5wt% 투입하여 폴리아크릴레이트입자함유점탄성유체를 분산한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하여 분산시켰다.
- <113> 시험예 1
- <114> CNT함유점탄성유체의 점성도 측정
- <115> 상기 실시예 1 내지 3에 의하여 분산된 CNT함유점탄성유체와 비교예 2에 의하여 분산된 CNT함유점탄성유체의 점성도를 측정하였다. 도 8은 본 발명의 실시예 1 내지 3과 비교예 2에 의하여 분산된 CNT함유점탄성유체의 점성도를 나타내는 그래프이다. 도 8을 참조하면, 상기 실시예 1-(1) 점탄성유체의 점성도를 나타내는 기준점성도 30(Pas)에 대하여 비교예 2는 점성도 70(Pas)을 나타내고 있으나, 이는 균일한 분산에 의한 것이 아니라 탄소나노튜브 응집체간에 상호작용으로 높은 점성도를 나타내고 있음에 반하여, 실시예 1 내지 3에 의한 CNT함유점탄성유체의 점성도는 각각 33, 38, 40(Pas)를 나타내고 있다. 이는 탄소나노튜브 응집체가 본 발명에 따르는 분산 방법에 의하여 수력학적으로 응력을 받아 상기 탄소나노튜브 응집체의 상호작용력이 파괴되어 점탄성유체에 균일하게 단일방향으로 분산되어 점탄성유체와 분산된 탄소나노튜브와의 상호 인력에 의하여 점성도가 각각 10%, 27%, 33% 증가한 결과를 보여주고 있다.
- <116> 이는 탄소나노튜브 응집체가 아닌 지름 대 길이의 비가 약 1로서 직경 10 μ m인 폴리아크릴레이트 입자가 분산된 비교예 3에 의한 폴리아크릴레이트입자함유점탄성유체의 점성도를 비교하여 명확하게 확인할 수 있다. 도 9는 비교예 3에 의하여 분산된 폴리아크릴레이트입자함유점탄성유체의 점성도를 나타내는 그래프이다. 도 9를 참조하면, 점탄성유체와 폴리아크릴레이트입자함유점탄성유체와의 점성도의 차이가 거의 변하지 아니함을 알 수 있는데, 탄소나노튜브와는 달리 지름 대 길이의 비가 작은 입자는 점탄성유체와의 상호간 인력이 점성도에 미치는 영향이 크지 않음을 알 수 있다.
- <117> 한편, 도 10은 본 발명의 실시예 3과 이에 비교되는 비교예 1에 의한 CNT함유점탄성유체의 점성도를 나타내는 그래프이다. 도 10을 참조하면, 실시예 3에 의한 CNT함유점탄성유체는 상술한 바와 같이 점성도가 33% 증가한 결과를 나타내는 반면, 비교예 1에 의한 CNT함유점탄성유체는 점성도의 차이가 거의 없음을 알 수 있는데, 이는 신장속도를 너무 빠르게 하여 분산되는 탄소나노튜브입자들이 단편화되어서 점탄성유체와의 인력이 점성도에 거의 영향이 없는 것을 의미한다. 따라서, 본 발명에 따르는 탄소나노튜브의 분산방법에서의 분산속도가 분산 효과에 유리함을 알 수 있다.
- <118> 시험예 2
- <119> CNT함유점탄성유체의 광학적 특성 평가

- <120> 실시예 1과 2에 의한 CNT함유점탄성유체를 분산전과 분산후에 대하여 광학적 실험을 하여 그 결과를 도 11에 나타내었다. 도 11은 본 발명의 실시예 1과 2에 의한 분산전과 분산후의 모폴러지(morphology)에 대한 이미지이다. 도 11을 참조하면, 분산전과 분산후의 탄소나노튜브 응집체의 크기나 분산분포가 작아지고 성겨보인다. 따라서, 본 발명에 따르는 분산방법에 의하여 탄소나노튜브의 분산이 점탄성유체내에서 균일하게 수행되었음을 확인할 수 있다.
- <121> 또한, 도 12는 본 발명의 실시예 1에 의한 CNT함유점탄성유체에 대하여 광산란측정결과(light-scattering image)를 보여주는 도면이다. 도 12를 참조하면, 분산전에는 분산전 중앙부분에 진한 부분이 두껍고 진하게 보인다. 이에 반하여 분산후에는 중앙부분에 존재하였던 두껍고 진한 부분이 거의 소멸된 이미지를 볼 수 있다. 이는 점탄성유체상에 큰 탄소나노튜브 응집체가 급격히 줄어들었음을 보여주는 것으로, 본 발명에 따르는 탄소나노튜브의 분산방법에 의하여 탄소나노튜브가 균일하게 분산되어 있음을 알 수 있다.
- <122> 또한, 도 13은 본 발명의 실시예 1에 의한 CNT함유점탄성유체의 전자현미경사진이다. 도 13을 참조하면, 분산전에 서로 엉겨있던 탄소나노튜브 응집체들이 분산시에 신장흐름에 의한 수력학적 응력을 받아 개개의 탄소나노튜브 가닥이 단일방향으로 균일하게 분산되어 있음을 볼 수 있다.

발명의 효과

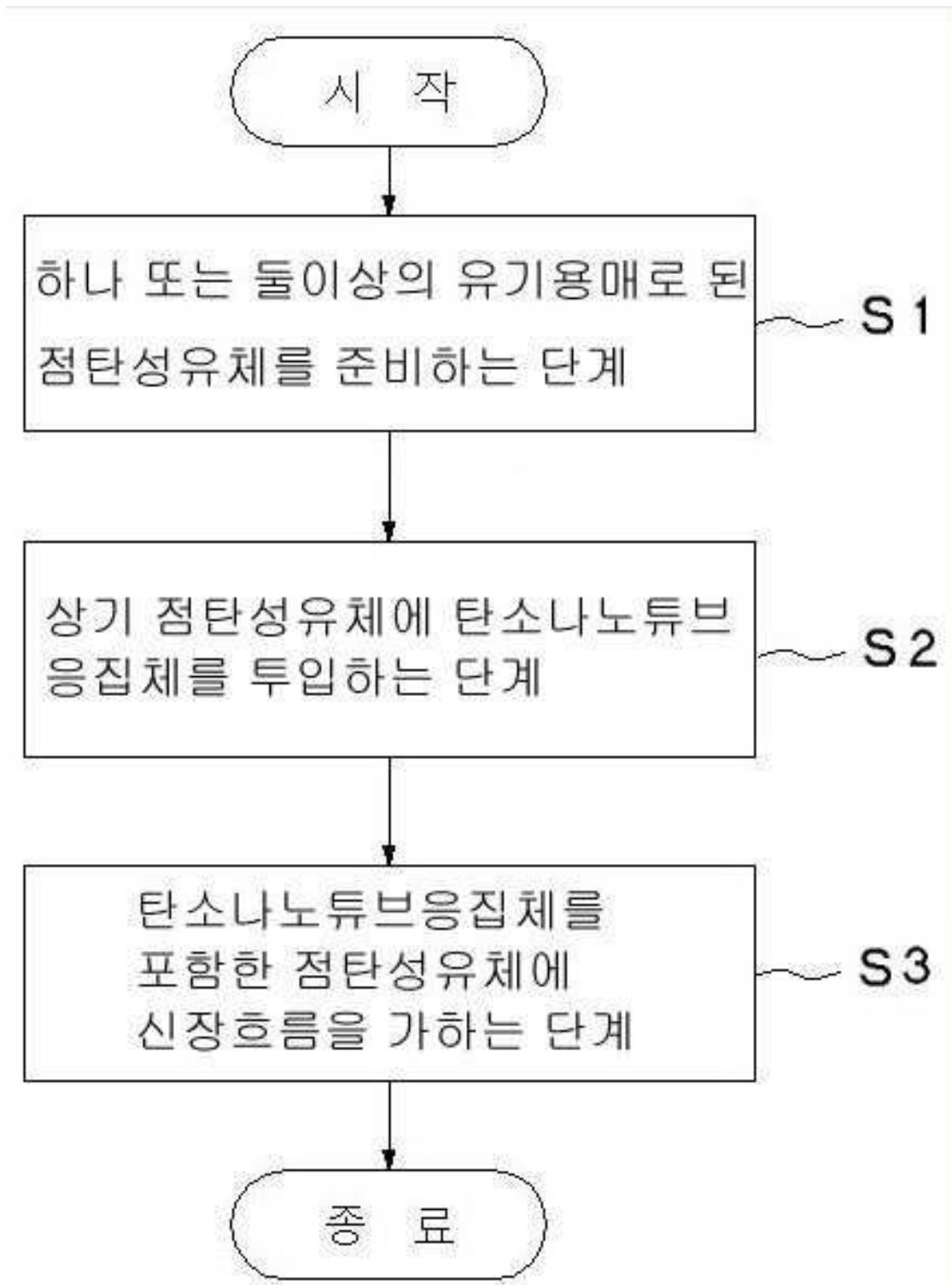
- <123> 본 발명에 따르는 탄소나노튜브의 분산방법 및 이에 의한 폴리부텐조성물은 탄소나노튜브를 강산 등으로 표면개질을 하지 않아서 그 기계적, 전기적 물성을 그대로 유지되고 환경친화적이며, 전계방출표시소자의 전자방출원으로서 전기장 내에서 전자방출효율이 우수한 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

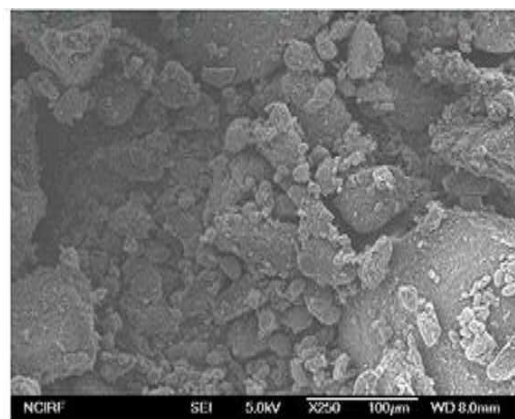
- <1> 도 1은 본 발명의 바람직한 일실시예에 따른 탄소나노튜브를 단일방향으로 분산시키는 방법을 나타내는 분산순서도이다.
- <2> 도 2는 본 발명의 다른 실시예에 사용된 탄소나노튜브 응집체의 전자현미경사진으로서, (a) 250배, (b) 6만배, (c) 2십만배로 확대한 사진이다.
- <3> 도 3은 본 발명의 다른 실시예에 의한 신장흐름하의 응력에 의하여 탄소나노튜브 응집체의 상호작용력이 파괴되어 분산되고 있는 형상을 모식적으로 나타낸 그림이다.
- <4> 도 4는 본 발명의 다른 실시예에 의한 신장흐름을 나타내는 모식도이다.
- <5> 도 5는 본 발명의 다른 실시예에 사용된 연신혼합기의 전체적인 구성을 개략적으로 도시한 구성도이다.
- <6> 도 6은 본 발명의 다른 실시예에 사용된 연신혼합기의 고정바와 회전바의 구성을 보여주기 위한 일부구성도이다.
- <7> 도 7은 도 6의 고정바와 회전바를 측면에서 본 상태를 도시한 일부구성도이다.
- <8> 도 8은 본 발명의 실시예 1 내지 3과 비교예 2에 의한 CNT함유점탄성유체의 점성도를 나타내는 그래프이다.
- <9> 도 9는 비교예 3에 의한 폴리아크릴레이트입자함유점탄성유체의 점성도를 나타내는 그래프이다.
- <10> 도 10은 본 발명의 실시예 3과 이에 비교되는 비교예 1에 의한 CNT함유점탄성유체의 점성도를 나타내는 그래프이다.
- <11> 도 11은 본 발명의 실시예 1과 2에 의한 분산전과 분산후의 모폴러지(morphology)에 대한 이미지이다.
- <12> 도 12는 본 발명의 실시예 1에 의한 CNT함유점탄성유체에 대하여 광산란측정결과(light-scattering image)를 보여주는 도면이다.
- <13> 도 13은 본 발명의 실시예 1에 의한 CNT함유점탄성유체에 대한 전자현미경사진이다.

도면

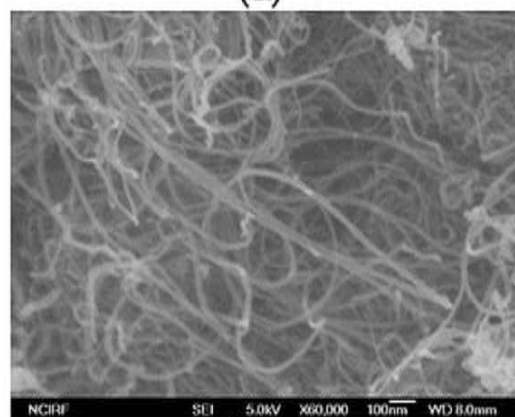
도면1



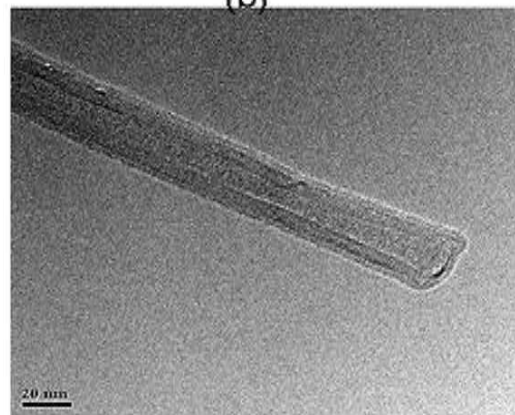
도면2



(a)

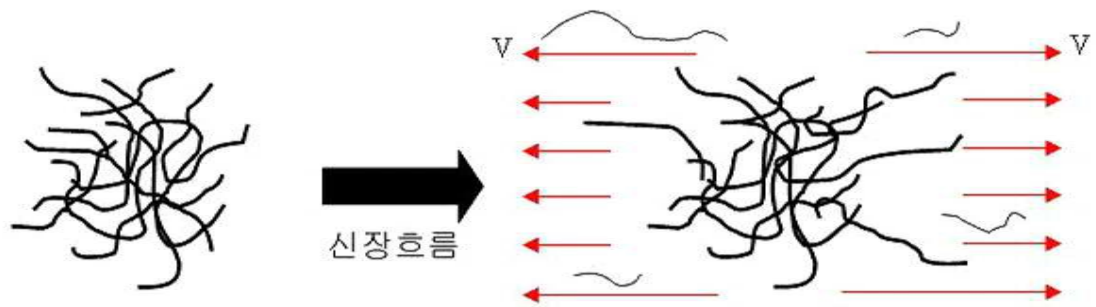


(b)

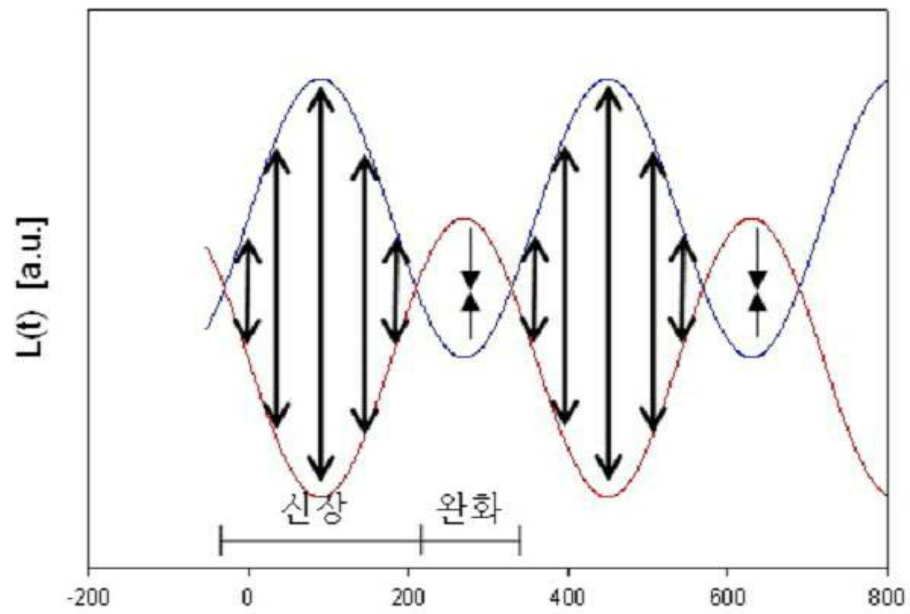


(c)

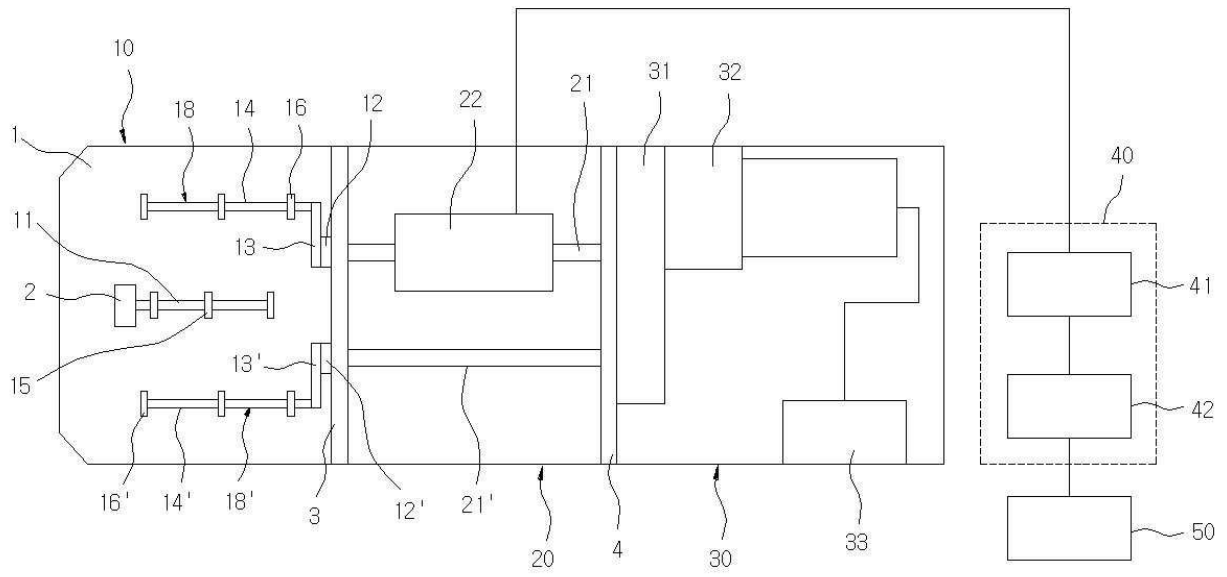
도면3



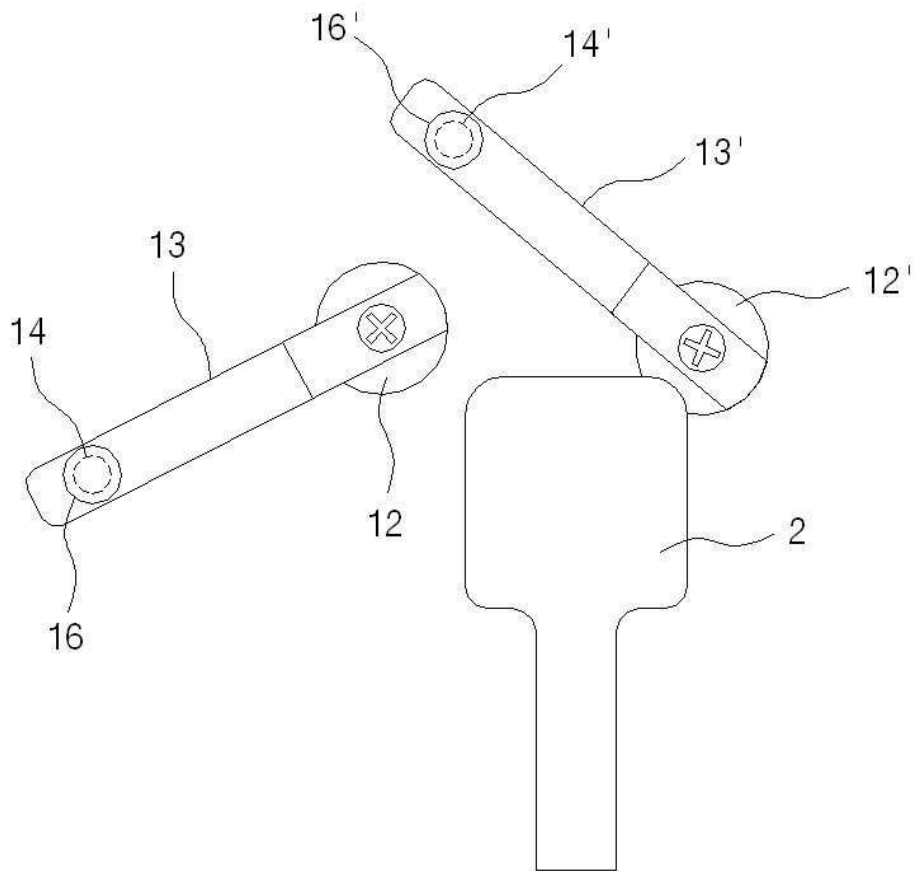
도면4



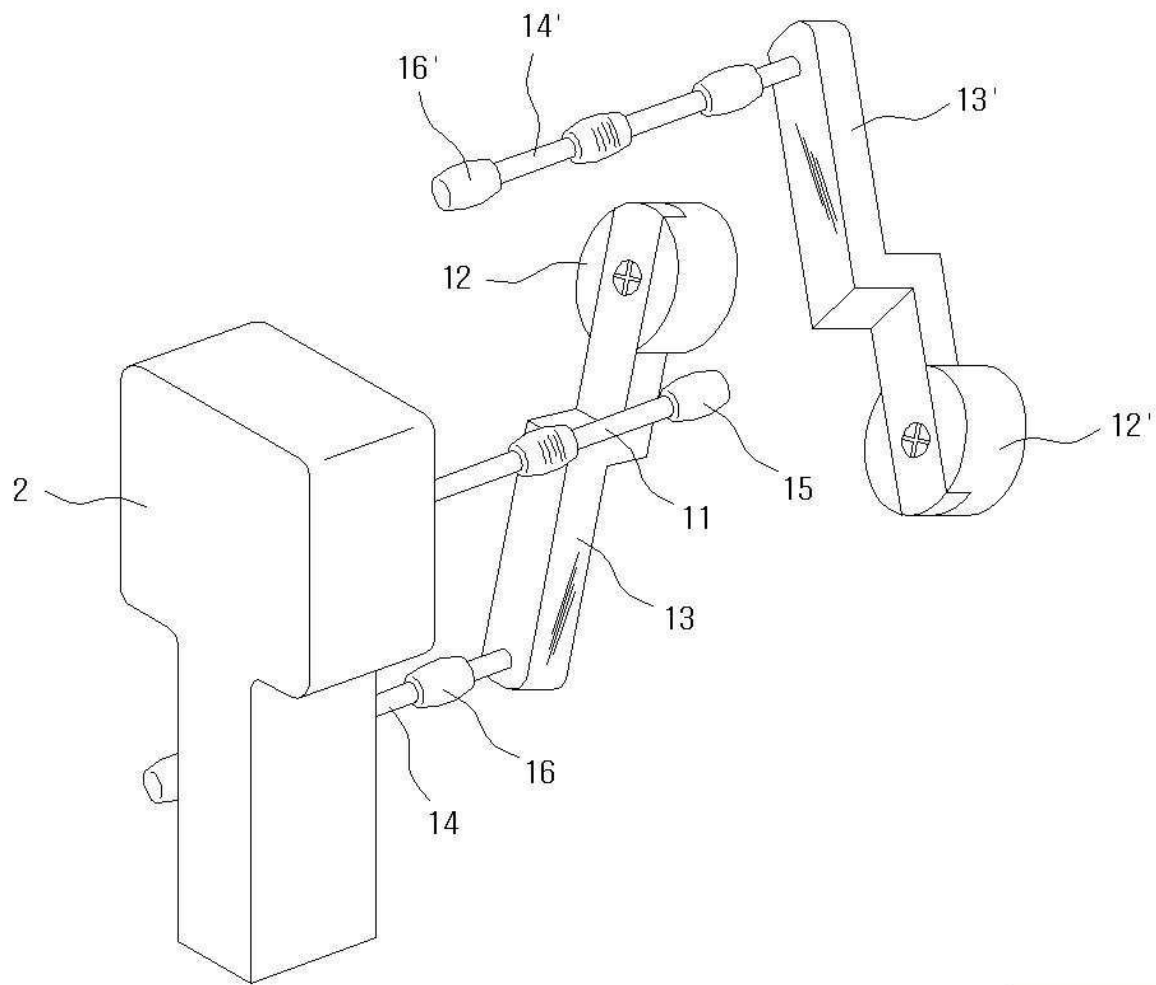
도면5



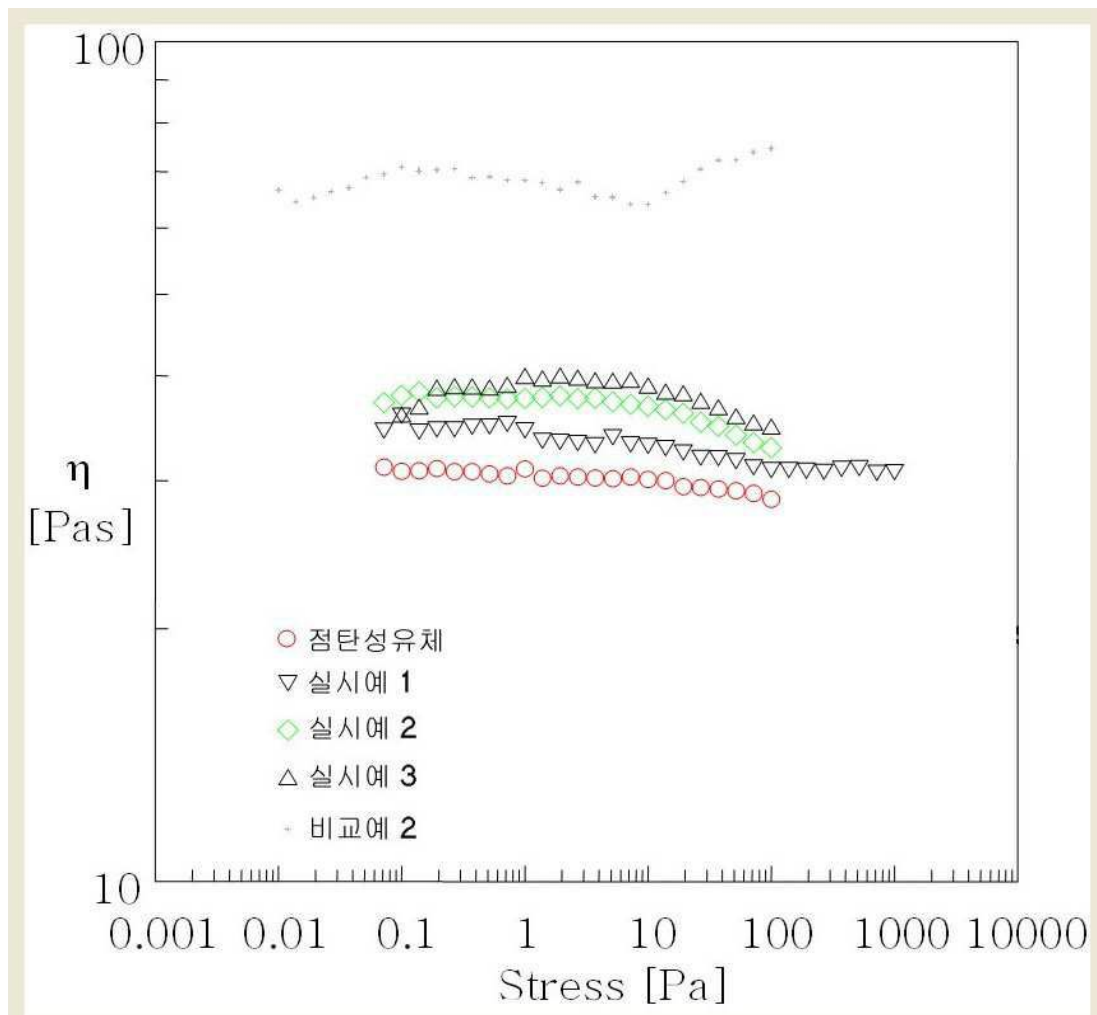
도면6



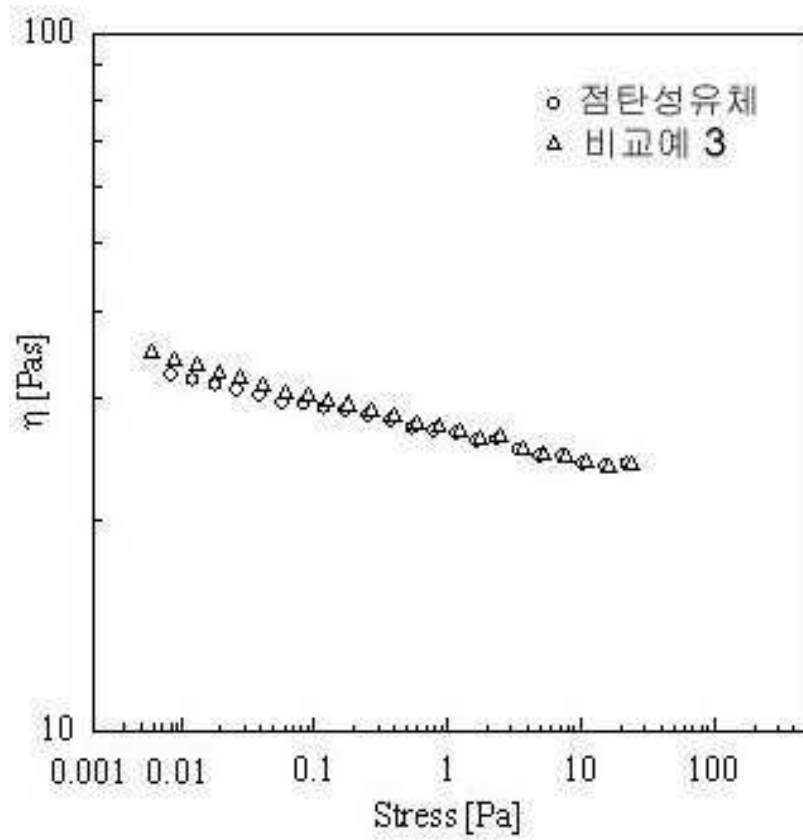
도면7



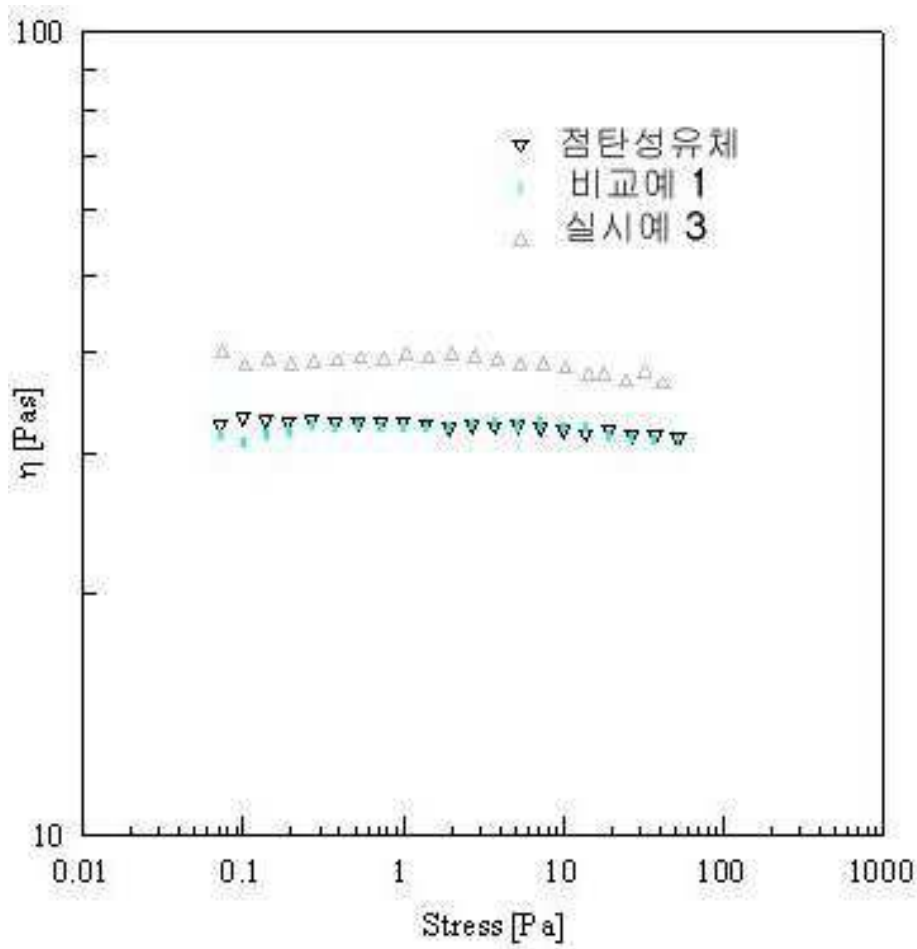
도면8



도면9

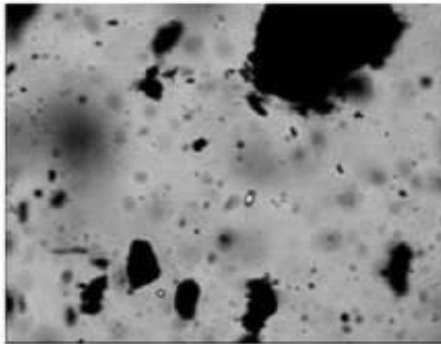


도면10

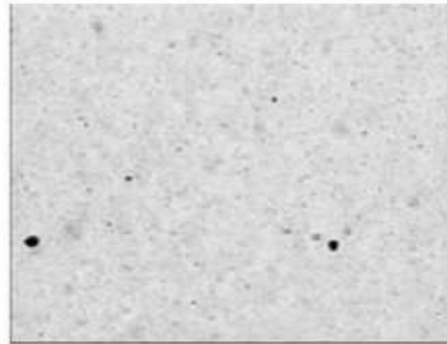


도면11

실시예 1

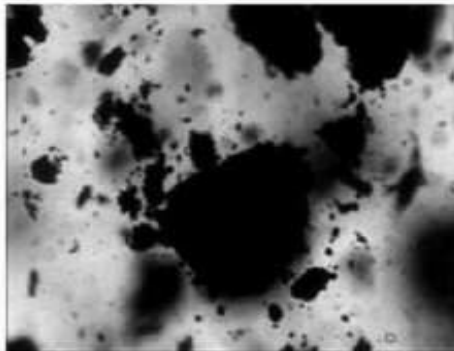


분산 전

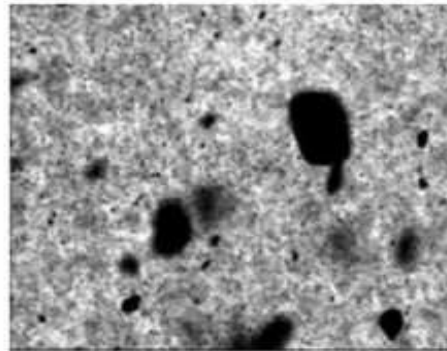


분산 후

실시예 2

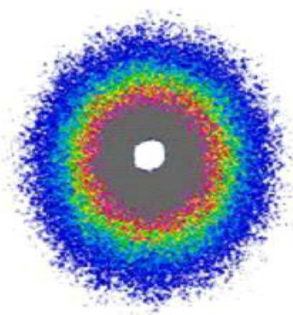


분산 전

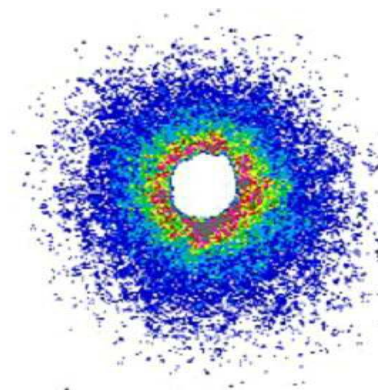


분산 후

도면12



분산전



분산후

도면13

