



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 공개특허공보(A)

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B82B 3/00 (2006.01) B82Y 40/00 (2011.01)

C01B 31/02 (2006.01) B01J 19/10 (2006.01)

(21) 출원번호

10-2012-0115725

(22) 출원일자

2012년10월18일

심사청구일자

2012년10월18일

(11) 공개번호

10-2014-0049657

(43) 공개일자

2014년04월28일

(71) 출원인

조선대학교산학협력단

광주광역시 동구 필문대로 309 (서석동)

(72) 발명자

이경진

광주광역시 서구 상무민주로32번길 4-7

정철기

광주광역시 동구 필문대로 12-7 금호아파트 202동1101호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인 누리

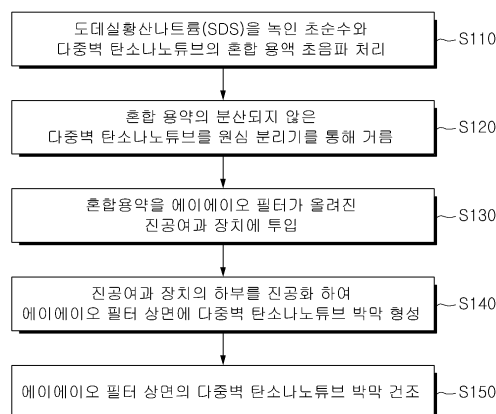
전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 발명의 명칭 탄소나노튜브 박막 제조방법

(57) 요약

본 발명은 다중벽 탄소나노튜브를 주원료로 여과법의 방식에 따라 비교적 높은 기계적 강도의 탄소나노튜브 박막을 형성하여 가속기의 스트리퍼 포일 및 기타 높은 기계적 강도를 요하는 포일 형태의 구성에 적합한 소재를 제공할 수 있는 탄소나노튜브 박막 제조방법에 관한 것으로서, 본 발명에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법은 도데실황산나트륨(SDS)을 녹인 초순수(DI water)에 다중벽 탄소나노튜브(thin-MWCNT)가 혼합된 후, 이 혼합용액이 450W의 출력으로 초음파 처리되는 단계와, 상기 혼합용액의 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들이 원심분리기를 통해 걸러지는 단계와, 상기 원심분리기에서 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들을 거른 상기 혼합용액이 에이에이오(AAO membrane) 필터가 올려진 진공여과(Vacuum filtration) 장치에 투입되는 단계와, 상기 진공여과 장치의 하부가 진공펌프에 의해 진공 상태로 되어 상기 에이에이오 필터 상면에 다중벽 탄소나노튜브 박막이 형성되는 단계와, 상기 에이에이오 필터 상면의 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 상온에서 건조되는 단계를 포함하여 구성된다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

이철진

서울특별시 강북구 화계사길 32(수유동)

윤기남

경기도 안산시 단원구 원선로 50 벽산블루밍아파트
112동 2101호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2011-0006365

부처명 교육과학기술부

연구사업명 원자력연구기반확충사업

연구과제명 KIRAMS-13 양성자 빔을 이용한 핵분석기술 개발

기 여 율 1/1

주관기관 조선대학교산학협력단

연구기간 2011.04.01 ~ 2012.03.31

특허청구의 범위

청구항 1

- (a) 도데실황산나트륨(SDS)을 녹인 초순수(DI water)에 다중벽 탄소나노튜브(thin-MWCNT)가 혼합된 후, 이 혼합 용액이 450W의 출력으로 초음파 처리되는 단계;
- (b) 상기 혼합용액의 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들이 원심분리기를 통해 걸러지는 단계;
- (c) 상기 원심분리기에서 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들을 거른 상기 혼합용액이 에이에이오(AAO membrane) 필터가 올려진 진공여과(Vacuum filtration) 장치에 투입되는 단계;
- (d) 상기 진공여과 장치의 하부가 진공펌프에 의해 진공 상태로 되어 상기 에이에이오 필터 상면에 다중벽 탄소 나노튜브 박막이 형성되는 단계;
- (e) 상기 에이에이오 필터 상면의 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 상온에서 건조되는 단계를 포함하는 탄소 나노튜브 박막 제조방법.

청구항 2

- (a) 도데실황산나트륨(SDS)을 녹인 초순수(DI water)에 다중벽 탄소나노튜브(thin-MWCNT)가 혼합된 후, 이 혼합 용액이 450W의 출력으로 초음파 처리되는 단계
- (b) 상기 혼합용액의 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들이 원심분리기를 통해 걸러지는 단계;
- (c) 상기 원심분리기에서 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들을 거른 상기 혼합용액이 에이에이오(AAO membrane) 필터가 올려진 진공여과(Vacuum filtration) 장치에 투입되는 단계;
- (d) 상기 진공여과 장치의 하부가 진공펌프에 의해 진공 상태로 되어 상기 에이에이오 필터 상면에 다중벽 탄소 나노튜브 박막이 형성되는 단계;
- (e) 상기 에이에이오 필터 상면의 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 상온에서 건조되는 단계;
- (f) 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 수평면 상부의 수산화나트륨(NaOH) 수용액에 포개지는 단계;
- (g) 상기 수산화나트륨(NaOH) 수용액에 의해 상기 에이에이오 필터를 제거시킨 상기 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 초순수에 침지되는 단계;
- (h) 상기 초순수에 침지된 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 건져진 후 새 초순수에 다시 담기어 상기 수산화나 트륨(NaOH) 수용액의 잔여 량이 희석되는 단계;
- (i) 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 오븐에서 건조되는 단계;
- (j) 상기 오븐에서 물기가 제거된 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 실버 페이스트(Ag paste)가 도포된 홀더에 부착되는 단계를 포함하는 탄소나노튜브 박막 제조방법.

청구항 3

제 2 항에 있어서,

상기 (f) 단계는, 5.7~6.3몰의 수산화나트륨(NaOH) 수용액 0.9~1.1(ml)가 유리기관 상면에 도포된 후 그 위에 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 포개지는 과정을 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브 박막 제조방법.

청구항 4

제 2 항에 있어서,

상기 (g) 단계 이전에, 상기 수산화나트륨(NaOH) 수용액을 통해 상기 에이에이오 필터가 제거되면서 남은 에이 에이오 필터 외곽의 비닐이 물리적으로 제거되는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브 박막 제 조방법.

청구항 5

제 2 항에 있어서,

상기 (g) 및 (h) 단계는 3회 이상 반복되는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브 박막 제조방법.

청구항 6

제 2 항에 있어서,

상기 (i) 단계에서 상기 오븐을 통한 건조는 4분 30초~5분 30초의 시간동안 진행되는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브 박막 제조방법.

청구항 7

(a) 도데실황산나트륨(SDS)을 녹인 초순수(DI water)에 다중벽 탄소나노튜브(thin-MWCNT)가 혼합된 후, 이 혼합용액이 450W의 출력으로 초음파 처리되는 단계

(b) 상기 혼합용액의 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들이 원심분리기를 통해 걸러지는 단계;

(C) 상기 원심분리기에서 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들을 거른 상기 혼합용액이 에이에이오(AAO membrane) 필터가 올려진 진공여과(Vacuum filtration) 장치에 투입되는 단계;

(d) 상기 진공여과 장치의 하부가 진공펌프에 의해 진공 상태로 되어 상기 에이에이오 필터 상면에 다중벽 탄소나노튜브 박막이 형성되는 단계;

(e) 상기 에이에이오 필터 상면의 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 상온에서 건조되는 단계;

(f) 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막의 침지를 위한 질산 용액이 55~65%의 질산 용액과 초순수의 3:1 비율 혼합을 통해 제조된 후 교반되는 단계;

(g) 상기 질산 용액에 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 침지된 후 가열되어 상기 질산 용액과 에이에이오 필터가 반응하는 단계;

(h) 상기 에이에이오 필터가 상기 질산 용액을 통해 녹아 제거된 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 상기 질산 용액으로부터 건져진 후 초순수를 통해 남은 질산 용액이 회석되는 단계;

(i) 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 오븐에서 건조되는 단계;

(j) 상기 오븐에서 물기를 제거한 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 실버 페이스트(Ag paste)가 도포된 홀더에 부착되는 단계를 포함하는 탄소나노튜브 박막 제조방법.

청구항 8

제 7 항에 있어서,

상기 (f) 단계는, 상기 질산 용액의 1회 교반을 기준으로 상기 질산 용액 190~210(ml)가 9~11분 교반되는 과정을 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브 박막 제조방법.

청구항 9

제 7 항에 있어서,

상기 (g) 단계는, 상기 질산 용액에 75~85(℃)의 열이 가해지는 상태로 30분 이상 가열되는 과정을 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브 박막 제조방법.

청구항 10

제 7 항에 있어서,

상기 (h) 단계는 3회 이상 반복되는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브 박막 제조방법.

청구항 11

제 1 항 또는 제 2 항 또는 제 7 항에 있어서,

상기 (e) 단계 이전에,

상기 도데실황산나트륨으로 인해 형성되는 상기 에이에이오 필터 하부의 거품 제거를 위해 상기 (d) 단계의 다중벽 탄소나노튜브 박막에 초순수가 부어지는 과정을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브 박막 제조 방법.

청구항 12

제 1 항 또는 제 2 항 또는 제 7 항에 있어서,

상기 (a) 단계에서, 상기 혼합용액은 도데실황산나트륨(SDS) 190~210(mg)을 녹인 초순수(DI water) 190~210(ml)에 다중벽 탄소나노튜브 5(mg)가 혼합되어 형성되는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브 박막 제조 방법.

청구항 13

제 1 항 또는 제 2 항 또는 제 7 항에 있어서,

상기 (b) 단계는, 최대 상대원심력이 20000×g인 원심분리기를 통해 상기 혼합용액이 55~65분 동안 회전되면서 상기 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들이 걸러지는 과정을 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브 박막 제조방법.

청구항 14

제 1 항 또는 제 2 항 또는 제 7 항에 있어서,

상기(c) 단계는, 상기 진공여과 장치에 대한 1회 투입량을 기준으로 상기 (a) 및 (b) 단계를 거친 상기 혼합용액이 상기 진공여과 장치에 180~200(ml) 투입되는 과정을 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브 박막 제조 방법.

명세서

기술 분야

[0001] 본 발명은 탄소나노튜브 박막 제조방법에 관한 것으로서, 특히 다중벽 탄소나노튜브를 주원료로 여과법의 방식에 따라 비교적 높은 기계적 강도의 탄소나노튜브 박막을 형성하여 가속기의 스트리퍼 포일 및 기타 높은 기계적 강도를 요하는 포일 형태의 구성에 적합한 소재를 제공할 수 있는 탄소나노튜브 박막 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 일반적으로 탄소나노튜브는 준 일차원적인 양자구조를 가지고 있어 저차원에서 특이한 여러 양자현상이 관측되었고, 특히 역학적 견고성, 화학적 안정성, 열전도성이 우수할 뿐만 아니라 구조에 따라 도체 또는 반도체의 성질을 띠는 독특한 특성을 나타낸다.

[0003] 또한 탄소나노튜브는 그 속이 비어있고 직경이 수nm 내지 수십nm이며 길이가 수십 μ m 내지 수백 μ m이다.

[0004] 상기와 같은 특성 때문에 탄소나노튜브는 각종 장치의 이미터(emitter), 진공 형광 디스플레이(VFD: Vacuum Fluorescent Display), 백색광원, 전계 방출 디스플레이(FED:Field Emission Display), 에너지 저장소재(예를 들어 2차전지, 연료전지 또는 초고용량 캐패시터의 전극), 나노 와이어, AFM(Atomic Force Microscope) 또는 STM(Scanning Probe Microscope)의 팁(Tip), 단전자 소자, 가스 센서, 의공학용 미세부품, 고기능 복합체 등에서 무한한 응용가능성을 가지고 있다.

[0005] 그런데, 상기와 같은 다양한 응용분야에서 실용화되기 위해서는 나노 크기의 박막화가 필수적이므로, 현재 탄소나노튜브의 생성 방법과 더불어 탄소나노튜브 박막의 제조방법에 대하여 다양한 연구가 활발히 진행되고 있다.

[0006] 현재, 일반적으로 사용되고 있는 탄소나노튜브 박막의 제조방법은 탄소나노튜브를 생성함과 동시에 박막으로 제조하는 화학 기상 증착법(CVD: Chemical Vapor Deposition)과 탄소나노튜브 분말을 용매에 분산시켜 박막을 제

조하는 방법으로 나눌 수 있다.

- [0007] 화학 기상 증착법은 알루미늄 박막이나 유리 위에 나노 크기의 금속 촉매를 스퍼터링(sputtering)하거나 혹은 AAO(Anodic Aluminium Oxide)를 형판으로 한 후, 탄소 소오스 가스를 높은 온도에서 열분해하여 열화학 기상 증착법으로 수직 정렬되도록 탄소나노튜브를 성장시키는 방법이다.
- [0008] 이는 주로 FED 소자에서 응용되고 있는 방법이나 통상적인 화학 기상 증착법이 700~900℃의 높은 온도에서 수행되고 있어, 박막에 열적 결함 가능성이 커지는 바, 탄소나노튜브를 적용하는 증착온도를 낮추기 위한 다양한 시도가 이루어지고 있다.
- [0009] 이러한 시도의 일환으로, 공개특허 2001-0103274에서는 저온에서 탄소나노튜브를 고르게 성장시킬 수 있는 박막 제조 방법을 제시하고 있다.
- [0010] 한편, 탄소나노튜브의 분말을 용매에 분산시켜 제조하는 방법에는 증발법, 여과법, Airbrushing법, 코팅액을 이용한 기관피복법 등이 있다.
- [0011] 증발법은 탄소나노튜브를 알코올계 용액에 분산시키고 그 분산용액을 금속 기관 위에 떨어뜨린 후 가열하여 용액을 증발시켜 박막을 제조하는 방법이고, 여과법은 여과 필터를 이용하여 탄소나노튜브가 분산된 용액을 여과시키고 여과 후 잔류하는 탄소나노튜브를 건조시켜 탄소나노튜브 페이퍼 형태로 박막을 제조하는 방법이다.
- [0012] 또한, Airbrushing법은 탄소나노튜브가 분산된 용액을 아르곤과 같은 비활성 가스의 압력을 이용하여 뜨겁게 가열된 기관 위에 분사시켜 박막을 제조하는 방법이다.
- [0013] 기관 피복법은 탄소나노튜브 분말을 포함하는 코팅액을 기관에 도입하고 상기 도입된 코팅액을 기계적 힘으로 일방향으로 퍼 주어 상기 탄소나노튜브가 일정한 방향으로 배향되도록 유도하여 박막을 제조하는 방법이다.
- [0014] 그러나 상기와 같은 종래의 탄소나노튜브 박막 제조방법을 통해 제조되는 탄소나노튜브 박막들은 기존의 탄소튜브 박막에 비해 기계적 강도가 향상되는 것이지만, 가속기의 스트리퍼 및 기타 비교적 높은 기계적 강도를 요하는 구성에 적용하기에는 여전히 그 기계적 강도가 약하다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0015] (특허문헌 0001) 한국등록특허 제10-0680008호, “탄소나노튜브 박막의 제조방법”
- (특허문헌 0002) 한국등록특허 제10-0422217호, “탄소나노튜브 박막 제조방법”

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0016] 따라서, 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위해 제안된 것으로서, 다중벽 탄소나노튜브를 주원료로 여과법의 방식에 따라 비교적 높은 기계적 강도의 탄소나노튜브 박막을 형성하여 가속기의 스트리퍼 포일 및 기타 높은 기계적 강도를 요하는 포일 형태의 구성에 적합한 소재를 제공할 수 있는 탄소나노튜브 박막 제조방법을 제공하는데 목적이 있다.

과제의 해결 수단

- [0017] 상기와 같은 목적을 달성하기 위해 본 발명에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법은, (a) 도데실황산나트륨(SDS)을 녹인 초순수(DI water)에 다중벽 탄소나노튜브(thin-MWCNT)가 혼합된 후, 이 혼합용액이 450W의 출력으로 초음파 처리되는 단계와, (b) 상기 혼합용액의 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들이 원심분리기를 통해 걸러지는 단계와, (C) 상기 원심분리기에서 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들을 거른 상기 혼합용액이 에이에이오(AAO membrane) 필터가 올려진 진공여과(Vacuum filtration) 장치에 투입되는 단계와, (d) 상기 진공여과 장치의 하부가 진공펌프에 의해 진공 상태로 되어 상기 에이에이오 필터 상면에 다중벽 탄소나노튜브 박막이 형성되는 단계와, (e) 상기 에이에이오 필터 상면의 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 상온에서 건조되는 단계를 포함하여 구성된다.

- [0018] 또한, 본 발명에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법은, (a) 도데실황산나트륨(SDS)을 녹인 초순수(DI water)에 다중벽 탄소나노튜브(thin-MWCNT)가 혼합된 후, 이 혼합용액이 450W의 출력으로 초음파 처리되는 단계와, (b) 상기 혼합용액의 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들이 원심분리기를 통해 걸러지는 단계와, (C) 상기 원심분리기에서 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들을 거른 상기 혼합용액이 에이에이오(AAO membrane) 필터가 올려진 진공여과(Vacuum filtration) 장치에 투입되는 단계와, (d) 상기 진공여과 장치의 하부가 진공펌프에 의해 진공 상태로 되어 상기 에이에이오 필터 상면에 다중벽 탄소나노튜브 박막이 형성되는 단계와, (e) 상기 에이에이오 필터 상면의 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 상온에서 건조되는 단계와, (f) 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 수평면 상부의 수산화나트륨(NaOH) 수용액에 포개지는 단계와, (g) 상기 수산화나트륨(NaOH) 수용액에 의해 상기 에이에이오 필터를 제거시킨 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 초순수에 침지되는 단계와, (h) 상기 초순수에 침지된 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 건져진 후 새 초순수에 다시 담기어 상기 수산화나트륨(NaOH) 수용액의 잔여량이 희석되는 단계와, (i) 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 오븐에서 건조되는 단계와, (j) 상기 오븐에서 물기가 제거된 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 실버 페이스트(Ag paste)가 도포된 홀더에 부착되는 단계를 포함하여 구성된다.
- [0019] 또한, 상기 (f) 단계는, 5.7~6.3몰의 수산화나트륨(NaOH) 수용액 0.9~1.1(ml)가 유리기관 상면에 도포된 후 그 위에 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 포개지는 과정을 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0020] 또한, 상기 (g) 단계 이전에, 상기 수산화나트륨(NaOH) 수용액을 통해 상기 에이에이오 필터가 제거되면서 남은 에이에이오 필터 외곽의 비닐이 물리적으로 제거되는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0021] 또한, 상기 (g) 및 (h) 단계는 3회 이상 반복되는 것을 특징으로 한다.
- [0022] 또한, 상기 (i) 단계에서 상기 오븐을 통한 건조는 4분 30초~5분 30초의 시간동안 진행되는 것을 특징으로 한다.
- [0023] 또한, 본 발명에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법은, (a) 도데실황산나트륨(SDS)을 녹인 초순수(DI water)에 다중벽 탄소나노튜브(thin-MWCNT)가 혼합된 후, 이 혼합용액이 450W의 출력으로 초음파 처리되는 단계와, (b) 상기 혼합용액의 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들이 원심분리기를 통해 걸러지는 단계와, (C) 상기 원심분리기에서 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들을 거른 상기 혼합용액이 에이에이오(AAO membrane) 필터가 올려진 진공여과(Vacuum filtration) 장치에 투입되는 단계와, (d) 상기 진공여과 장치의 하부가 진공펌프에 의해 진공 상태로 되어 상기 에이에이오 필터 상면에 다중벽 탄소나노튜브 박막이 형성되는 단계와, (e) 상기 에이에이오 필터 상면의 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 상온에서 건조되는 단계와, (f) 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막의 침지를 위한 질산 용액이 55~65%의 질산 용액과 초순수의 3:1 비율 혼합을 통해 제조된 후 교반되는 단계와, (g) 상기 질산 용액에 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 침지된 후 가열되어 상기 질산 용액과 에이에이오 필터가 반응하는 단계와, (h) 상기 에이에이오 필터가 상기 질산 용액을 통해 녹아 제거된 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 상기 질산 용액으로부터 건져진 후 초순수를 통해 남은 질산 용액이 희석되는 단계와, (i) 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 오븐에서 건조되는 단계와, (j) 상기 오븐에서 물기를 제거한 상기 다중벽 탄소나노튜브 박막이 실버 페이스트(Ag paste)가 도포된 홀더에 부착되는 단계를 포함하여 구성된다.
- [0024] 또한, 상기 (f) 단계는, 상기 질산 용액의 1회 교반을 기준으로 상기 질산 용액 190~210(ml)가 9~11분 교반되는 과정을 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0025] 또한, 상기 (g) 단계는, 상기 질산 용액에 75~85(℃)의 열이 가해지는 상태로 30분 이상 가열되는 과정을 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0026] 또한, 상기 (h) 단계는 3회 이상 반복되는 것을 특징으로 한다.
- [0027] 또한, 상기 (e) 단계 이전에, 상기 도데실황산나트륨으로 인해 형성되는 상기 에이에이오 필터 하부의 거품 제거를 위해 상기 (d) 단계의 다중벽 탄소나노튜브 박막에 초순수가 부어지는 과정을 더 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0028] 또한, 상기 (a) 단계에서, 상기 혼합용액은 도데실황산나트륨(SDS) 190~210(mg)을 녹인 초순수(DI water) 190~210(ml)에 다중벽 탄소나노튜브 5(mg)가 혼합되어 형성되는 것을 특징으로 한다.
- [0029] 또한, 상기 (b) 단계는, 최대 상대원심력이 20000×g인 원심분리기를 통해 상기 혼합용액이 55~65분 동안 회전되면서 상기 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들이 걸러지는 과정을 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0030] 또한, 상기(c) 단계는, 상기 진공여과 장치에 대한 1회 투입량을 기준으로 상기 (a) 및 (b) 단계를 거친 상기

혼합용액이 상기 진공여과 장치에 180~200(ml) 투입되는 과정을 포함하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0031] 본 발명에 따르면, 다중벽 탄소나노튜브를 주원료로 여과법의 방식에 따라 비교적 높은 기계적 강도의 탄소나노튜브 박막을 형성하여 가속기의 스트리퍼 포일 및 기타 높은 기계적 강도를 요하는 포일 형태의 구성에 적합한 소재를 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0032] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법을 보인 흐름도

도 2는 본 발명의 다른 실시예에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법을 보인 흐름도

도 3은 본 발명의 또 다른 실시예에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법을 보인 흐름도

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0033] 이하에서는, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 일 실시예에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법을 상세하게 설명한다.

[0034] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법을 보인 흐름도이고, 도 2 및 도 3은 본 발명의 각각 다른 실시예에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법의 흐름도이다.

[0035] 먼저, 도 1을 참조하여 본 발명의 일 실시예에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법에 대해 설명한다.

[0036] 도시된 바와 같이, 단계(S110)에서 계면활성제인 도데실황산나트륨(SDS)을 녹인 초순수에 얇은 다중벽 탄소나노튜브(thin-MWCNT)가 혼합된 후, 이 혼합용액이 450(W)의 출력으로 초음파 처리된다. 여기서 도데실황산나트륨과 초순수 및 다중벽 탄소나노튜브의 혼합 용액은, 도데실황산나트륨 190~210(mg)을 녹인 초순수 190~210(ml)에 다중벽 탄소나노튜브 5(mg)이 혼합되어 형성된다. 그리고 이하의 설명에서 도데실황산나트륨과 초순수 및 다중벽 탄소나노튜브가 혼합된 용액에 대해 '혼합용액'이라는 용어를 사용한다.

[0037] 이어서, 단계(S120)에서 혼합용액의 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들이 원심분리기를 통해 걸러진다. 이때 원심분리기는 그 최대 상대원심력이 $20000 \times g$ 이며, 이와 같은 원심분리기를 통해 혼합용액이 55~65분 동안 회전되어 혼합용액의 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브들이 걸러진다.

[0038] 이어서, 단계(S130)에서 원심분리기를 통해 걸러진 혼합용액이 에이에이오(AAO membrane) 필터가 올려진 진공여과(Vacuum filtration) 장치에 투입된다. 이때 진공여과 장치에 대한 1회 투입량을 기준으로, 혼합용액은 진공여과 장치에 180~200(ml) 투입된다.

[0039] 이어서, 단계(S140)에서 진공여과 장치의 하부가 진공펌프에 의해 진공 상태가 되며, 이에 따라 에이에이오 필터 상면에 다중벽 탄소나노튜브 박막이 형성된다.

[0040] 이어서, 단계(S150)에서 에이에이오 필터 상면의 다중벽 탄소나노튜브 박막이 상온에서 건조된다.

[0041] 그리고 단계(S150) 이전에 단계(S145)로써, 도데실황산나트륨으로 인해 형성되는 에이에이오 필터 하부의 거품 제거를 위해 단계(S140)을 통해 형성되는 다중벽 탄소나노튜브 박막에 초순수가 부어지는 과정이 선행될 수 있다.

[0042] 다음은 도 2를 참조하여 본 발명의 다른 실시예에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법에 대해 설명한다.

[0043] 설명에 앞서, 본 실시예에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법은 도 1의 실시예에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법의 단계(S110) 내지 단계(S150)단계와 동일한 과정이 선행되며, 따라서 본 실시예에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법의 단계(S110) 내지 (S150)에 대한 설명은 생략하고 단계 (S160) 내지 단계(S200)을 중심으로 설명한다.

[0044] 도시된 바와 같이, 단계(S160)에서 에이에이오 필터가 그 상면의 다중벽 탄소나노튜브 박막을 수산화나트륨(NaOH) 수용액이 도포된 수평면에 포개진다. 다시 말해 에이에이오 필터가 소정의 수평면 상부에 포기지면서 이와 동시에 에이에이오 필터 상면의 다중벽 탄소나노튜브 박막이 수평면 상부의 수산화나트륨(NaOH) 수용액에 접촉된다. 본 실시예에서는 수산화나트륨(NaOH) 수용액이 스포이드를 통해 유리기관 상면에 떨어져 도포되고, 이러한 유리기관의 상면에 에이에이오 필터가 포개지면서 그 상면의 다중벽 탄소나노튜브 박막이 수산화나트륨

(NaOH) 수용액에 접촉되는 것을 예로 하였으나, 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니다.

- [0045] 또한, 본 실시예에서는 5.7~6.3몰의 수산화나트륨(NaOH) 수용액 0.9~1.1(ml)가 유리기관 상면에 도포된 후, 이러한 유리기관의 상면에 에이에이오 필터가 포개지면서 에이에이오 필터 상면의 다중벽 탄소나노튜브 박막이 수산화나트륨(NaOH) 수용액에 접촉되는 과정을 예로 하였다.
- [0046] 그리고, 단계(S160)을 통해 에이에이오 필터는 수산화나트륨(NaOH) 수용액에 의해 제거되며, 이렇게 에이에이오 필터를 제거시킨 탄소나노튜브 박막은 단계(S170)에서 초순수에 침지된다.
- [0047] 이어서, 단계(S180)에서 초순수에 침지된 다중벽 탄소나노튜브 박막이 건져진 후, 새로운 초순수에 다시 담기어 수산화나트륨(NaOH) 수용액의 잔여량을 회석시킨다.
- [0048] 그리고 단계(S170) 및 단계(S180)은 3회 이상 반복 실시될 수 있다. 본 실시예에서는 단계(S170) 및 단계(S180)이 3회 반복되는 것을 예로 하였다.
- [0049] 이어서, 단계(S190)에서 다중벽 탄소나노튜브 박막이 오븐에서 건조된다. 여기서 오븐을 통한 다중벽 탄소나노튜브의 건조는 4분 30초 내지 5분 30초의 시간 범위 내에서 선택되어 진행되는 것일 수 있다.
- [0050] 마지막으로 단계(S200)에서 오븐을 통해 물기가 제거된 다중벽 탄소나노튜브 박막이 실버 페이스트(Ag paste)를 도포하고 있는 홀더에 부착된다.
- [0051] 그리고 단계(S170) 이전에, 에이에이오 필터가 수산화나트륨(NaOH) 수용액을 통해 제거되면서 남게 되는 에이에이오 필터 외곽의 비닐이 물리적으로 제거되는 과정이 더 포함될 수 있다.
- [0052] 다음은 도 3을 참조하여 본 발명의 또 다른 실시예에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법에 대해 설명한다.
- [0053] 설명에 앞서, 본 실시예에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법은 도 1의 실시예에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법의 단계(S110) 내지 단계(S150) 단계와 동일한 과정이 선행되며, 따라서 본 실시예에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법의 단계(S110) 내지 (S150)에 대한 설명은 생략하고 단계 (S360) 내지 단계(S400)을 중심으로 설명한다.
- [0054] 도식된 바와 같이, 단계(S360)에서 다중벽 탄소나노튜브 박막의 침지를 위한 질산 용액이 제조되는 것으로서, 이와 같은 질산 용액은 55~65% 농도의 질산 용액과 초순수를 3:1의 비율로 혼합하여 제조된다. 그리고 이렇게 제조된 질산 용액을 교반한다. 여기서 질산 용액의 교반은, 질산 용액의 1회 교반을 기준으로 질산 용액 190~210(ml)가 9~11분 교반되는 과정일 수 있다.
- [0055] 이어서, 단계(S370)에서 다중벽 탄소나노튜브는 단계(S360)을 통해 제조 및 교반된 질산 용액에 침지된 후 가열되고, 이에 따라 질산 용액과 에이에이오 필터가 반응한다. 여기서 다중벽 탄소나노튜브가 침지된 질산 용액의 가열은 75~85(℃)의 열이 가해지는 상태로 30분 이상 가열되는 것일 수 있다. 그리고, 이와 같이 다중벽 탄소나노튜브가 침지된 질산 용액의 가열로 인해 에이에이오 필터가 녹아 제거된다.
- [0056] 이어서, 단계(S380)에서 질산 용액의 가열로 인해 에이에이오 필터를 제거한 다중벽 탄소나노튜브 박막이 질산 용액으로부터 건져진 후, 초순수를 통해 남은 질산 용액이 회석된다. 여기서 초순수에 다중벽 탄소나노튜브 박막을 침지시켜 질산 용액을 회석시키는 것일 수 있으나, 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니며, 다중벽 탄소나노튜브 박막을 초순수에 침지시키는 것에 비해 비효율적이지만 다중벽 탄소나노튜브 박막에 초순수를 흘려 질산 용액을 회석시키는 방법이 사용될 수도 있다.
- [0057] 그리고 이와 같은 단계(S380)은 3회 이상 반복 실시될 수 있다. 본 실시예에서는 단계(S380)이 3회 반복되는 것을 예로 하였다.
- [0058] 이어서, 단계(S390)에서 다중벽 탄소나노튜브 박막이 오븐에서 건조된다. 여기서 오븐을 통한 다중벽 탄소나노튜브의 건조는 4분 30초 내지 5분 30초의 시간 범위 내에서 선택되어 진행되는 것일 수 있다.
- [0059] 마지막으로 단계(S200)에서 오븐을 통해 물기가 제거된 다중벽 탄소나노튜브 박막이 실버 페이스트(Ag paste)를 도포하고 있는 홀더에 부착된다.
- [0060] 상술한 도 1 내지 도 3의 실시예를 통해 제조되는 다중벽 탄소나노튜브 박막은 비교적 높은 기계적 강도를 가지며, 이에 따라 다중벽 탄소나노튜브 박막은 가속기의 스트리퍼 포일 및 기타 높은 기계적 강도를 요하는 포일 형태의 구성의 소재로 사용 시 최적의 기능을 발휘할 수 있다.

[0061] 이하, 본 발명의 실시예들을 설명한다.

[0062] **실시예 1**

[0063] 도데실황산나트륨 190(mg)을 녹인 초순수(DI water) 190(ml)에 다중벽 탄소나노튜브 5(mg)을 혼합 후 이 혼합용액을 450W의 출력으로 초음파 처리하고, 혼합용액을 최대 상대원심력이 20000×g인 원심분리기를 통해 55분 동안 회전시켜 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브를 걸러내며, 혼합용액을 에이에이오 필터가 올려진 진공여과 장치에 투입 후 진공펌프의 내측 하부를 진공화하여 에이에이오 필터 상면에 다중벽 탄소나노튜브 박막이 형성된 다음, 이를 상온에서 건조시켜 제조한 다중벽 탄소나노튜브 박막.

[0064] **실시예 2**

[0065] 도데실황산나트륨 210(mg)을 녹인 초순수(DI water) 210(ml)에 다중벽 탄소나노튜브 5(mg)을 혼합 후 이 혼합용액을 450W의 출력으로 초음파 처리하고, 혼합용액을 최대 상대원심력이 20000×g인 원심분리기를 통해 65분 동안 회전시켜 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브를 걸러내며, 혼합용액을 에이에이오 필터가 올려진 진공여과 장치에 투입 후 진공펌프의 내측 하부를 진공화하여 에이에이오 필터 상면에 다중벽 탄소나노튜브 박막이 형성된 다음, 이를 상온에서 건조시켜 제조한 다중벽 탄소나노튜브 박막.

[0066] **실시예 3**

[0067] 도데실황산나트륨 200(mg)을 녹인 초순수(DI water) 200(ml)에 다중벽 탄소나노튜브 5(mg)을 혼합 후 이 혼합용액을 450W의 출력으로 초음파 처리하고, 혼합용액을 최대 상대원심력이 20000×g인 원심분리기를 통해 60분 동안 회전시켜 분산되지 않은 다중벽 탄소나노튜브를 걸러내며, 혼합용액을 에이에이오 필터가 올려진 진공여과 장치에 투입 후 진공펌프의 내측 하부를 진공화하여 에이에이오 필터 상면에 다중벽 탄소나노튜브 박막이 형성된 다음, 이를 상온에서 건조시켜 제조한 다중벽 탄소나노튜브 박막.

[0068] **비교예 1**

[0069] 시중에서 판매되는 일반적인 다중벽 탄소나노튜브 박막.

[0070] 상기 실시예 1 내지 3에 따른 각각의 다중벽 탄소나노튜브 박막 및 비교예 1에 따른 일반적인 다중벽 탄소나노튜브 박막의 기계적 물성에 대한 값을 아래의 표 1에 나타내었다.

표 1

	실시예			비교예
	1	2	3	1
장력(GPa)	<100~800	<120~850	<150~900	<50~300
밀도(g/cc)	0.7~1.0	0.5~0.7	0.3~0.5	1.33~1.40
전기저항($\Omega \cdot m$)	3×10^{-8}	3.5×10^{-8}	4×10^{-8}	5.1×10^{-8}
전류밀도(A/m ²)	~115	~118	~122	~109
열전도율(W/m·k)	~1400	~1600	~1800	~3000

[0072] 상기 표 1의 결과를 통하여 알 수 있는 바와 같이, 실시예 1의 다중벽 탄소나노튜브 박막은 장력이 <100~800(GPa), 밀도가 0.7~1.0(g/cc), 전기저항이 $3 \times 10^{-8}(\Omega \cdot m)$, 전류밀도가 ~115(A/m²), 열전도율이 ~1400(W/m·k)이고, 실시예 2의 다중벽 탄소나노튜브 박막은 장력이 <120~850(GPa), 밀도가 0.5~0.7(g/cc), 전기저항이 $3.5 \times 10^{-8}(\Omega \cdot m)$, 전류밀도가 ~118(A/m²), 열전도율이 ~1600(W/m·k)이며, 실시예 3의 다중벽 탄소나노튜브 박막은 장력이 <150~900(GPa), 밀도가 0.3~0.5(g/cc), 전기저항이 $4 \times 10^{-8}(\Omega \cdot m)$, 전류밀도가 ~122(A/m²), 열전도율이 ~1800(W/m·k)이다.

[0073] 그리고 비교예 1의 다중벽 탄소나노튜브 박막은 장력이 <50~300(GPa), 밀도가 1.33~1.4(g/cc), 전기저항이 5.1

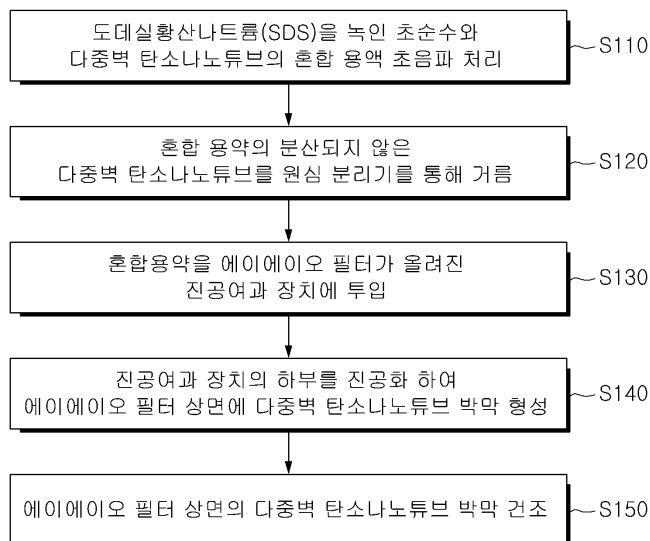
$\times 10^{-8}(\Omega \cdot m)$ 전류밀도가 $\sim 109(A/m^2)$, 열전도율이 $\sim 3000(W/m \cdot K)$ 이다.

[0074] 즉, 실시예 1 내지 3의 다중벽 탄소나노튜브 박막이 비교예 1의 다중벽 탄소나노튜브 박막에 비해 전체적으로 기계적 물성이 향상되는 것을 확인할 수 있고, 이중에서도 장력의 향상으로 인해 실시예 1 내지 3의 다중벽 탄소나노튜브 박막은 가속기의 스트리퍼 포일 및 기타 높은 기계적 강도를 요하는 포일 형태의 구성의 소재로 사용 시 최적의 기능을 발휘할 수 있다.

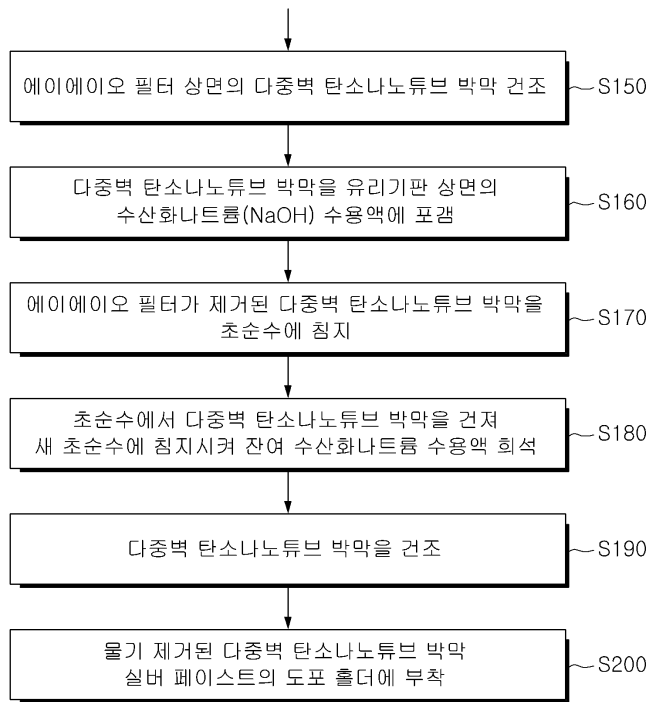
[0075] 이상에서 설명한 것은 본 발명에 따른 탄소나노튜브 박막 제조방법을 실시하기 위한 하나의 실시예에 불과한 것으로서, 본 발명은 상기한 실시 예에 한정되지 않고, 이하의 특허청구범위에서 청구하는 바와 같이 본 발명의 요지를 벗어 남이 없이 당해 발명이 속하는 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 누구든지 다양한 변경 실시가 가능한 범위까지 본 발명의 기술적 정신이 있다고 할 것이다.

도면

도면1



도면2



도면3

