(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2012-0134382
(43) 공개일자 2012년12월12일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08K 3/04 (2006.01) *C08K 9/04* (2006.01)
C08L 23/00 (2006.01) *B82B 3/00* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2011-0053248
(22) 출원일자 2011년06월02일
심사청구일자 2011년06월02일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
박수진
대전광역시 유성구 대덕대로 617, 로덴하우스 102동 301호 (도룡동)
심영선
인천광역시 남구 인하로47번길 57, 401호 (용현동, 그린오피스텔)
(74) 대리인
이은철

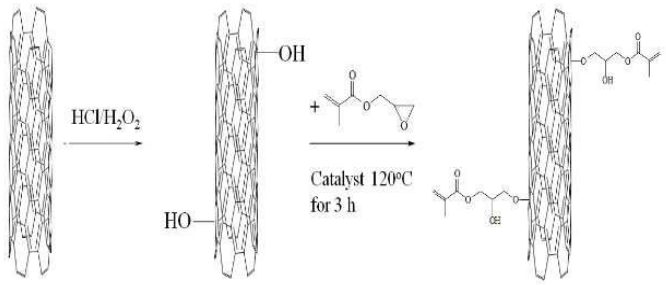
전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 **기계적 특성 및 물성이 우수한 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 제조방법**

(57) 요 약

본 발명은 표면처리된 탄소나노튜브/폴리프로필렌 복합재료의 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 산화처리 한 탄소나노튜브를 화학적 표면처리하여 폴리프로필렌과 용융혼합함으로써, 폴리프로필렌 내에서 탄소나노튜브의 분산성을 향상시켜 기계적 특성 및 물성이 우수한 탄소나노튜브/폴리프로필렌 복합재료의 제조방법에 관한 것이다.

대 표 도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

(1) 탄소나노튜브 내에 포함된 불순물을 제거하는 정제단계;

(2) 상기 탄소나노튜브에 화학적 표면 처리하는 단계; 및

(3) 상기 화학적 표면 처리된 탄소나노튜브를 폴리올레핀 수지와 용융혼합하는 단계;를 포함하는 기계적 특성 및 물성이 우수한 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 폴리올레핀은 폴리프로필렌 또는 폴리에틸렌인 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 제조방법.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 (1) 정제단계는 황산(H_2SO_4), 질산(HNO_3), 염산(HCl), 인산(H_3PO_4), 및 과산화수소(H_2O_2)에서 선택되는 1종 이상의 혼합물을 사용하여 산처리하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 제조방법.

청구항 4

제 1항에 있어서,

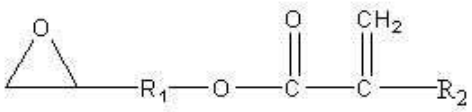
상기 (1) 정제단계는 탄소나노튜브를 35% 염산으로 처리 후, 35% 과산화수소로 처리하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 제조방법.

청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 (2)의 화학적 표면처리 단계는 하기 화학식 1로 표현되는 화합물로 탄소나노튜브를 표면 처리하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 제조방법.

[화학식 1]



단, 화학식 1에서 R_1은 C_1 내지 C_{22}의 직쇄 또는 분지형 알킬기, C_3내지 C_{22}의 시클로 알킬기, C_4 내지 C_{22}의 알킬시클로알킬기, C_6내지 C_{22}의 아릴기; R_2는 C_1내지 C_{22}의 직쇄 또는 분지형 알킬기, C_3내지 C_{22}의 시클로 알킬기, C_4내지 C_{22}의 알킬시클로알킬기, C_6내지 C_{22}의 아릴기이다.

청구항 6

제 1항에 있어서,

상기 (2)의 화학적 표면처리는 글리시딜메타크릴레이트 화합물로 탄소나노튜브를 표면 처리하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 제조방법.

청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 정제과정을 거친 탄소나노튜브는 3-클로로톨루엔을 첨가하고, 글리시딜메타크릴레이트와 혼합한 후 120℃에서 12시간 교반 및 건조로 표면처리하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 제조방법.

청구항 8

제 1항에 있어서,

상기 화학적 표면처리된 탄소나노튜브는 클로로포롬으로 세척하는 과정을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 제조방법.

청구항 9

제 1항에 있어서,

상기 화학적 표면처리된 탄소나노튜브는 폴리올레핀과 함께 용융혼합기를 사용하여 200℃에서 1시간 동안 80rpm으로 혼합하여 복합재료를 제조하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 제조방법.

청구항 10

제 1항에 있어서,

상기 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료는 전체 복합재료 100중량부에 대하여 탄소나노튜브 0.1 내지 10중량부를 함유하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 제조방법.

청구항 11

제 1항의 방법으로 제조된 기계적 특성 및 물성이 우수한 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 기계적 특성 및 물성이 우수한 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 산화처리 한 탄소나노튜브를 화학적 표면처리하여 폴리올레핀과 용융혼합함으로써, 폴리올레핀 내에서 탄소나노튜브의 분산성을 향상시켜 기계적 특성 및 물성이 우수한 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 탄소나노뷰트(CNT)는 1개의 탄소 원자가 3개의 다른 탄소 원자와 결합한 육각형 벌집 모양의 흑연면이 나노크기의 직경으로 둥글게 말린 형태이며, 크기나 형태에 따라 독특한 물리적 성질을 갖는다. 말려진 형태에 따라서 단층벽 나노튜브(single walled nanotube, SWNT), 다중벽 나노튜브(multi-walled nanotube, MWNTs) 및 다발형

나노튜브(rope nanotube)로 구분되기도 한다.

[0003] 상기 탄소나노튜브는 높은 전기전도성, 열적 안정성, 인장강도 및 복원성으로 인하여 다양한 복합재료의 첨가제로 활용되고 있다. 탄소나노튜브가 첨가된 기능성 복합재료를 만들기 위해서는 탄소나노튜브 다발들을 효과적으로 분산시키는 것이 중요하다. 그러나 나노수준에서 발생하는 탄소나노튜브간의 반데르발스 인력으로 인한 응집현상이 고분자 매트릭스 내에 탄소나노튜브의 균일한 분산을 막아 물성 저하를 초래한다. 따라서, 이러한 응집현상을 극복하기 위하여 탄소나노튜브에 대한 다양한 기술개발이 연구되어 왔다.

[0004] 현재 사용되고 있는 충전제(filler)로는 탄소섬유(carbon fiber), 탄소 필라멘트(carbon filament), 그리고 카본블랙(carbon black) 등이 있으나 이러한 충전제들은 탄소나노튜브에 비해 접촉 면적이 작아서 기계적, 열적 그리고 전기적 특성 등의 물성 향상에 제한이 따르는 문제가 있다.

[0005] 상기와 같은 통상의 충전제가 갖는 물성 향상의 한계를 극복하기 위하여 1 중량부 이하 적은 양의 탄소나노튜브를 일부 고분자 화합물 매트릭스 상에 분산시켜 사용하고 있으나, 벌크(bulk) 밀도가 낮고 분산성이 부족하여 기존 압출 방법으로 다양한 요구 특성을 충족하는 복합체를 제조하는데 상당한 어려움이 있다.

[0006] 이러한 이유로 다양한 탄소나노튜브/고분자 복합체 내에서 분산성을 개선시키는 연구가 이루어지고 있지만 탄소나노튜브 자체의 낮은 분산성 및 반데르발스 힘에 의한 자기 응집성으로 인하여 고분자/탄소나노튜브 복합체의 개발이 제한되며 이러한 문제점은 극복과제로 남아있다. 따라서, 탄소나노튜브/고분자 복합체를 제조함에 있어서 균일한 분산성을 갖는 동시에 고분자 매트릭스 내에서 탄소나노튜브가 응집되거나 탈리되지 않고 계면 안정성을 갖게 하는 전처리 기술이 주된 관심사가 되고 있다.

[0007] 탄소나노튜브의 전처리는 초음파나 볼 밀링을 이용하는 물리적 처리와 산이나 계면활성제와 같은 화합물을 사용하는 화학적 처리로 나눌 수 있다. 물리적 처리법과 비교하여 화학적 처리는, 탄소나노튜브 합성 후 존재하는 미량의 금속 촉매와 비정질 탄소의 제거 및 탄소나노튜브의 표면에 기능성 관능기의 도입이 가능하다는 장점이 있다.

[0008] 또 다른 방법으로는 고분자를 이용하여 탄소나노튜브의 표면을 개질하는 그라프팅(Grafting) 방법이 있다. 이는 용매 또는 고분자 기지와 우수한 상용성을 갖는 고분자를 탄소나노튜브 표면에 도입하여 튜브 다발을 개개로 분리시킬 뿐만 아니라 고분자 매트릭스 안에서의 분산성을 향상시키는 장점이 있다.

[0009] 현재는 상기와 같은 다양한 표면처리 방법들이 따로 사용되는 경우도 있지만 주로 복합적으로 사용되고 있으며, 탄소나노튜브의 표면 개질을 위해 새로운 방법들이 지속적으로 연구되고 있는 실정이다.

[0010] 따라서, 본 발명자들은 탄소나노튜브를 화학적 표면 처리하여 표면특성을 변화시킴으로써 분산성이 향상되어 기계적 특성 및 물성이 우수한 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료를 제조하고 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0011] 본 발명은 산화처리 한 탄소나노튜브를 화학적 표면 처리하고, 탄소나노튜브의 함량에 따라 폴리올레핀과 용융혼합함으로써, 탄소나노튜브의 분산성을 향상시켜 기계적 특성 및 물성이 우수한 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 제조방법을 제공함에 목적이 있다.

[0012] 그리고 본 발명은 고분자 기지 내에서 탄소나노튜브의 우수한 분산성을 위하여 상기 제조방법으로 제조된 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료를 제공함에도 목적이 있다.

과제의 해결 수단

[0013] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 산화처리 한 탄소나노튜브를 화학적 표면 처리하고, 탄소나노튜브의 함량에 따라 폴리올레핀과 용융혼합함으로써, 탄소나노튜브의 분산성을 향상시켜 기계적 특성 및 물성이 우수한 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 제조방법을 제공한다.

[0014] 본 발명은 또한, 상기 방법에 따라 제조된 기계적 특성 및 물성이 우수한 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료를 제공한다.

발명의 효과

[0015] 상기와 같은 본 발명에 따르면, 순수한 폴리올레핀에 비해 제조된 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 기계적 특성이 향상되는 효과가 있다. 이는 화학적 표면처리에 의해 탄소나노튜브 표면에 도입된 옥시레인기의 개환반응에 의한 탄소나노튜브와 고분자 기지 사이의 상용성 증가로 탄소나노튜브의 분산성 증가와 함께 폴리올레핀과 탄소나노튜브간의 강한 물리적 결합에 의한 것으로 판단된다.

[0016] 또한, 용융혼합법을 이용함으로써, 간단한 공정을 통하여 우수한 물성을 갖는 고분자 나노 복합재료의 제조가 가능하다.

도면의 간단한 설명

[0017] 도 1은 탄소나노튜브 표면처리 반응도이다.

도 2는 표면처리된 탄소나노튜브의 적외선 분광 스펙트럼을 측정한 결과를 나타낸 것이다.

도 3은 표면처리된 탄소나노튜브/폴리프로필렌 복합재료의 파단면을 관찰한 주사전자현미경 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0018] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

[0019] 본 발명은 산화처리 한 탄소나노튜브를 화학적 표면 처리하고, 탄소나노튜브의 함량에 따라 폴리올레핀과 용융혼합함으로써, 탄소나노튜브의 분산성이 향상되어 기계적 특성 및 물성이 우수한 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료의 제조방법을 제공한다.

[0020] 구체적으로, 본 발명은 (1) 탄소나노튜브 내에 포함된 불순물을 제거하는 정제단계; (2) 상기 탄소나노튜브에 화학적 표면 처리하는 단계; (3) 상기 화학적 표면 처리된 탄소나노튜브를 폴리올레핀 수지와 용융혼합하는 단계;로 이루어지는 것을 특징으로 한다.

[0021] 본 발명에 있어서, 상기 탄소나노튜브의 종류에는 제한이 없으며, 알려진 다양한 종류의 탄소나노튜브를 모두 사용할 수 있다. 또한, 고분자 기지로는 폴리올레핀 종류가 바람직하며, 열처리 단계를 통하여 소정의 형상으로 제조할 수 있는 열가소성 수지라면 모두 사용이 가능하나 더욱 바람직하게는 폴리프로필렌 또는 폴리에틸렌이다.

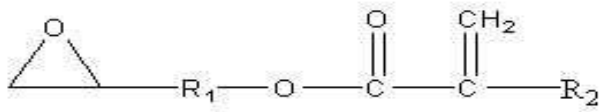
[0022] 본 발명에서는 탄소나노튜브의 산화처리 후 도입된 히드록시기와 글리시딜메타크릴레이트의 에폭시기의 개환반응을 통해 탄소나노튜브 표면을 개질하는 것으로 글리시딜메타크릴레이트의 에폭시기의 개환반응 효율을 높이기 위해서는 탄소나노튜브의 정제 및 관능기 도입과정을 거치는 것이 바람직하다.

[0023] 본 발명에 있어서, 상기 (1) 단계에서 정제과정은 탄소나노튜브의 높은 종횡비를 유지하기 위해 일반적으로 쓰이는 황산(H_2SO_4), 질산(HNO_3), 염산(HCl), 인산(H_3PO_4), 및 과산화수소(H_2O_2)에서 선택되는 1종 이상의 혼합물이 선택될 수 있으며, 바람직하게는 염산, 더욱 바람직하게는 염산을 이용하여 미량의 금속 촉매제거 후 과산화수소를 사용하여 탄소나노튜브에 관능기를 도입하는 것이다. 과산화수소로 처리하는 단계에서는 10 내지 50분간 초음파 처리를 함으로써 탄소나노튜브의 응집을 감소시킬 수 있다.

[0024] 구체적으로, 탄소나노튜브를 35% 염산으로 1 내지 24시간동안 전처리하고 증류수로 세척 후 여과하고, 여과물을 80℃ 오븐에서 8시간 건조시킨 후, 건조된 탄소나노튜브를 35% 과산화수소로 처리하는 것이 탄소나노튜브의 종횡비의 감소를 최소화하고 표면에 히드록시기를 도입하기 위해 바람직하다. 또한, 염산 처리가 끝난 탄소나노튜브를 35% 과산화수소로 12시간 80℃에서 교반시키고 세척 및 여과 후 100℃ 오븐에서 12시간 완전 건조 시키는 것이 바람직하다. 상기 과정을 통해, 탄소나노튜브 표면에 히드록시기가 도입되며, 도입된 작용기는 표면에 글리시딜메타크릴레이트의 에폭시기와의 반응을 위한 활성점 역할을 한다.

[0025] 또한, 탄소나노튜브를 폴리올레핀 내에서 균일한 분산을 위해 하기 화학식 1로 표현되는 화합물로 표면 처리된 탄소나노튜브를 사용하는 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 글리시딜메타크릴레이트이다.

[0026] [화학식 1]



[0027]

[0028] 단, 화학식 1에서 R_1은 C_1 내지 C_{22}의 직쇄 또는 분지형 알킬기, C_3내지 C_{22}의 시클로 알킬기, C_4 내지 C_{22}의 알킬시클로알킬기, C_6내지 C_{22}의 아릴기; R_2는 C_1내지 C_{22}의 직쇄 또는 분지형 알킬기, C_3내지 C_{22}의 시클로 알킬기, C_4내지 C_{22}의 알킬시클로알킬기, C_6내지 C_{22}의 아릴기이다.

[0029] 또한, 산 처리된 탄소나노튜브 표면에 화학적 표면처리를 위해 바람직하게는 상기 정제과정을 거친 탄소나노튜브 500㎎을 3-클로로톨루엔 3㎎ 첨가하고, 글리시딜메타크릴레이트 35g과 혼합한 후 120℃에서 12시간 교반하고 건조한다.

[0030] 상기 단계에서, 글리시딜메타클리레이트의 개환반응을 유도하기 위하여 바람직하게는 3-클로로톨루엔을 촉매로 사용하였으며, 온도를 120℃로 유지한다. 또한, 산 처리한 탄소나노튜브와 글리시딜메타크릴레이트의 균일한 혼합을 돕기 위해 초음파로 10 내지 50분 처리하거나, 또는 별도의 혼합기를 사용하여 교반 전에 충분히 혼합해주는 것이 바람직하다.

[0031] 또한, 상기 반응 후 존재하는 과량의 글리시딜메타크릴레이트를 제거하기 위해 클로로포롬으로 충분히 세척해주고, 여과 후 건조하는 것을 더 포함하는 것이 바람직하다.

[0032] 또한, 화학적 표면처리된 탄소나노튜브는 폴리올레핀과 함께 용융혼합기를 사용하여 200℃에서 1시간 동안 80rpm으로 혼합하여 복합재료를 제조하는 것이 바람직하다.

[0033] 또한, 탄소나노튜브/폴리올레핀 복합재료는 전체 복합재료 100중량부에 대하여 탄소나노튜브 0.1 내지 10중량부를 함유하는 것이 바람직하다.

[0034] 본 발명은 또한, 상기 방법에 따라 제조된 기계적 특성 및 물성이 우수한 탄소나노튜브/폴리프로필렌 복합재료를 제공한다.

[0035] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 예시하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되는 것으로 해석되지는 않는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 자명할 것이다.

[0036] 본 발명에 있어서 각각의 특성 값들은 다음과 같은 방법에 의하여 측정하였다.

[0037] 1. 표면 개질된 탄소나노튜브의 적외선 분광 스펙트럼 측정

[0038] 본 발명에 따라 글리시딜메타크릴레이트 처리된 탄소나노튜브의 표면 특성을 적외선 분광법으로 확인하였다.

[0039] 2. 탄소나노튜브/폴리프로필렌 복합체의 분산성

[0040] 본 발명에 따라 제조된 탄소나노튜브/폴리프로필렌 복합체 내에서 탄소나노튜브의 분산성은 주사전자현미경(scanning electron microscope, S-4200: HITACHI, SEM)을 통해 관찰하였다.

[0041] 3. 탄소나노튜브/폴리프로필렌 복합체의 기계적 특성 측정

[0042] 본 발명에 따라 제조된 탄소나노튜브/폴리프로필렌 복합체의 임계응력세기인자(K_{IC}) 측정을 통해 탄소나노튜브 함량별 기계적 물성을 측정하였다.

[0043] **실시예 1.**

[0044] 다중벽 탄소나노튜브(MWNTs)는 (주) 나노솔루션(직경 10-25 nm, 길이는 10-50㎛, 순도 95 부피% 미만임)으로부터 구입한 것을 사용하였다. 상기 다중벽 탄소나노튜브를 100 mL의 60% 염산(HCl) 수용액 내에서 3시간 동안 60℃로 가열하며 교반 및 환류시켰다. 이후, 실온으로 냉각한 후, pH=7이 될 때까지 수세하여 희석시켰고, 200 nm 테프론 멤브레인을 사용하여 여과시켰다. 건조 후 과산화수소(H_2O_2)로 80°C에서 12시간 교반하여 히드록시기(-OH)를 표면에 도입하였다. 역시 pH=7이 될 때까지 수세한 후 여과하였다. 정제한 탄소나노튜브 표면의 글리시딜 메타크릴레이트(glycidylmethacrylate) 도입은 3-클로로톨루엔(3-chlorotoluene) 촉매를 3 mg 첨가한 후, 120℃에서 3시간 교반하고 클로로포름으로 수차례 세척 후 건조하여 사용하였다. 본 발명에서 제작된 복합재료 시편은 폴리프로필렌(polypropylene) 80g에 탄소나노튜브를 0.1 중량부 첨가하여 고른 분산을 위해 용융혼합법을 이용, 200°C에서 1시간 혼합한 후, 탄소나노튜브/폴리프로필렌(MWNTs/polypropylene) 복합체를 제조하였다.

[0045] **실시예 2.**

[0046] 상기 실시예 1과 같이 제조된 탄소나노튜브를 1.0 중량부 첨가하여 고른 분산을 위해 용융혼합법을 이용, 200℃에서 1시간 혼합한 후, 탄소나노튜브/폴리프로필렌(MWNTs/polypropylene) 복합체를 제조하였다.

[0047] **실시예 3.**

[0048] 상기 실시예 1과 같이 제조된 탄소나노튜브를 2.0 중량부 첨가하여 고른 분산을 위해 용융혼합법을 이용, 200℃에서 1시간 혼합한 후, 탄소나노튜브/폴리프로필렌(MWNTs/polypropylene) 복합체를 제조하였다.

[0049] **실시예 4.**

[0050] 상기 실시예 1과 같이 제조된 탄소나노튜브를 4.0중량부 첨가하여 고른 분산을 위해 용융혼합법을 이용, 200°C에서 1시간 혼합한 후, 탄소나노튜브/폴리프로필렌(MWNTs/polypropylene) 복합체를 제조하였다.

[0051] **실시예 5.**

[0052] 상기 실시예 1과 같이 제조된 탄소나노튜브를 7.0중량부 첨가하여 고른 분산을 위해 용융혼합법을 이용, 200℃에서 1시간 혼합한 후, 탄소나노튜브/폴리프로필렌(MWNTs/polypropylene) 복합체를 제조하였다.

[0053] **실시예 6.**

[0054] 상기 실시예 1과 같이 제조된 탄소나노튜브를 10.0 중량부 첨가하여 고른 분산을 위해 용융혼합법을 이용, 200℃에서 1시간 혼합한 후, 탄소나노튜브/폴리프로필렌(MWNTs/polypropylene) 복합체를 제조하였다.

[0055] **실시예 7.**

[0056] 상기 실시예 1과 같이 제조된 탄소나노튜브를 0.1 중량부 첨가하여 고른 분산을 위해 용융혼합법을 이용, 200°C에서 1시간 혼합한 후, 탄소나노튜브/폴리에틸렌(MWNTs/polyethylene) 복합체를 제조하였다.

[0057] **실시예 8.**

[0058] 상기 실시예 1과 같이 제조된 탄소나노튜브를 1.0 중량부 첨가하여 고른 분산을 위해 용융혼합법을 이용, 200°C에서 1시간 혼합한 후, 탄소나노튜브/폴리에틸렌(MWNTs/polyethylene) 복합체를 제조하였다.

[0059]

[0060] **실시예 9.**

[0061] 상기 실시예 1과 같이 제조된 탄소나노튜브를 2.0 중량부 첨가하여 고른 분산을 위해 용융혼합법을 이용, 200°C에서 1시간 이상 혼합한 후, 탄소나노튜브/폴리에틸렌(MWNTs/polyethylene) 복합체를 제조하였다.

[0062] **실시예 10.**

[0063] 상기 실시예 1과 같이 제조된 탄소나노튜브를 4.0 중량부 첨가하여 고른 분산을 위해 용융혼합법을 이용, 200°C에서 1시간 혼합한 후, 탄소나노튜브/폴리에틸렌(MWNTs/polyethylene) 복합체를 제조하였다.

[0064] **실시예 11.**

[0065] 상기 실시예 1과 같이 제조된 탄소나노튜브를 7.0 중량부 첨가하여 고른 분산을 위해 용융혼합법을 이용, 200°C에서 1시간 혼합한 후, 탄소나노튜브/폴리에틸렌(MWNTs/polyethylene) 복합체를 제조하였다.

[0066] **실시예 12.**

[0067] 상기 실시예 1과 같이 제조된 탄소나노튜브를 10.0 중량부 첨가하여 고른 분산을 위해 용융혼합법을 이용, 200°C에서 1시간 혼합한 후, 탄소나노튜브/폴리에틸렌(MWNTs/polyethylene) 복합체를 제조하였다.

[0068] 탄소나노튜브 강화 폴리프로필렌 복합재료의 특성 변화를 알아보기 위하여 다음과 같은 비교예를 준비하였다.

[0069] **비교예 1.**

[0070] 폴리프로필렌(polypropylene)을 브라벤더를 이용, 200℃에서 1시간 용융시킨 후, 폴리프로필렌 시편을 제조하였다.

[0071] **비교예 2.**

[0072] 폴리에틸렌(polyethylene)을 브라벤더를 이용, 200℃에서 1시간 용융시킨 후, 폴리에틸렌 시편을 제조하였다.

[0073] 하기의 표1은 상기의 비교예 및 실시예와 같이 제조된 탄소나노튜브/폴리프로필렌, 탄소나노튜브/폴리에틸렌 복합재료의 임계응력세기인자(K_{IC})의 변화를 나타낸 결과이다.

표 1

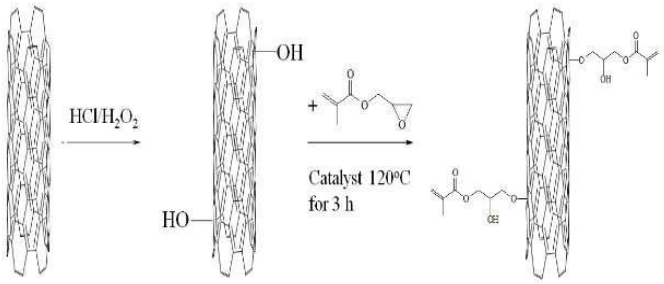
	탄소나노튜브 함량(중량부)	임계응력세기인자(MPa.m$^{1/2}$)
비교예 1	0	30
실시예 1	0.1	35
실시예 2	1.0	44.5
실시예 3	2.0	47
실시예 4	4.0	45
실시예 5	7.0	43
실시예 6	10.0	42.1
비교예 2	0	1.23
실시예 7	0.1	1.25
실시예 8	1.0	1.30
실시예 9	2.0	1.31
실시예 10	4.0	1.32
실시예 11	7.0	1.31
실시예 12	10.0	1.30

[0074]

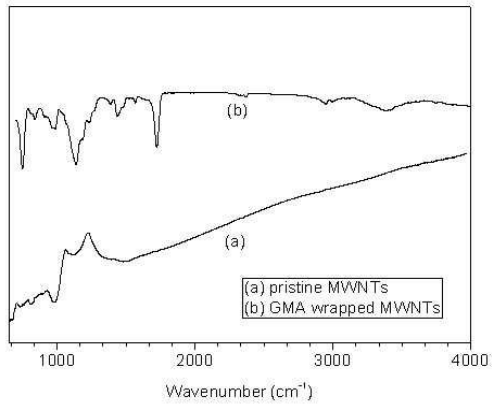
[0075] 이상, 본 발명의 내용의 특정한 부분을 상세히 기술하였는바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서, 이러한 구체적인 기술은 단지 바람직한 실시양태일 뿐이며, 이에 의해 본 발명의 범위가 제한되는 것이 아닌 점은 명백할 것이다. 따라서, 본 발명의 실질적인 범위는 첨부된 청구항들과 그것들의 등가물에 의해 의하여 정의된다고 할 것이다.

도면

도면1



도면2


(b)
(a)
(a) pristine MWNTs
(b) GMA wrapped MWNTs
1000
2000
3000
4000
Wavenumber (cm-1)