(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0160104
(43) 공개일자 2024년11월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08J 3/12 (2006.01) *B29B 13/10* (2006.01)
C08J 5/00 (2006.01) *C08K 3/04* (2006.01)
C08L 27/12 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08J 3/12 (2021.05)
B29B 13/10 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2024-7027847
(22) 출원일자(국제) 2023년02월17일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2024년08월20일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2023/005869
(87) 국제공개번호 WO 2023/162899
국제공개일자 2023년08월31일
(30) 우선권주장
JP-P-2022-030436 2022년02월28일 일본(JP)

(71) 출원인
니폰 제온 가부시키가이샤
일본국 도쿄도 치요다구 마루노우치 1쵸메 6반 2고
(72) 발명자
타카야나기 아츠시
일본국 도쿄도 치요다구 마루노우치 1쵸메 6반 2고 니폰 제온 가부시키가이샤 내
타케야마 요시히사
일본국 도쿄도 치요다구 마루노우치 1쵸메 6반 2고 니폰 제온 가부시키가이샤 내
(74) 대리인
특허법인우인

전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 **복합 수지 입자의 제조 방법, 대전 방지용 조성물, 및 성형체**

(57) 요 약

카본 나노튜브 및 불소 수지를 함유하는 복합 수지 재료를 분쇄하는 분쇄 공정을 포함하는, 복합 수지 입자의 제조 방법이다. 여기서, 복합 수지 재료는, 카본 나노튜브의 함유 비율 C^{CNT}(질량%)가, 0.015 질량% 이상 0.200 질량% 이하이다. 또한, 분쇄 공정에 있어서, 회전 날개의 회전에 의해 복합 수지 재료를 분쇄함에 있어서, 회전 날개의 이동 거리 D(m)를, C^{CNT}(질량%)로 나눈 값인 D/C^{CNT}의 값이, 1,000 m/질량% 이상 110,000 m/질량% 이하이다.

(52) CPC특허분류
C08J 5/00 (2021.05)
C08K 3/041 (2017.05)
C08L 27/12 (2013.01)
C08K 2201/017 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

카본 나노튜브 및 불소 수지를 함유하는 복합 수지 재료를 분쇄하는 분쇄 공정을 포함하는, 복합 수지 입자의 제조 방법으로,

상기 복합 수지 재료는, 상기 카본 나노튜브의 함유 비율 C^{CNT}(질량%)가, 0.015 질량% 이상 0.200 질량% 이하인,

상기 분쇄 공정에 있어서, 회전 날개의 회전에 의해 상기 복합 수지 재료를 분쇄함에 있어서, 상기 회전 날개의 이동 거리 D(m)를, 상기 C^{CNT}(질량%)로 나눈 값인 D/C^{CNT}의 값이, 1,000 m/질량% 이상 110,000 m/질량% 이하인,

복합 수지 입자의 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 카본 나노튜브의 탄소 순도가 98.0% 이상인, 복합 수지 입자의 제조 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 카본 나노튜브가 단층 카본 나노튜브를 포함하는, 복합 수지 입자의 제조 방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 기재된 복합 수지 입자의 제조 방법에 의해 제조된 복합 수지 입자를 포함하는, 대전 방지용 조성물.

청구항 5

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 기재된 복합 수지 입자의 제조 방법에 의해 제조된 복합 수지 입자를 성형하여 이루어지는, 성형체.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은, 복합 수지 입자의 제조 방법, 대전 방지용 조성물, 및 성형체에 관한 것으로서, 특히, 불소 수지와 카본 나노튜브를 함유하는 복합 수지 입자의 제조 방법, 대전 방지용 조성물, 및 성형체에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 카본 나노튜브(이하 「CNT」라고 칭하는 경우가 있다.)는, 도전성, 열전도성, 슬라이딩 특성, 기계 특성 등이 우수하기 때문에, 폭넓은 용도로의 응용이 검토되고 있다.

[0003] 이에, 근년, CNT의 우수한 특성을 살려, 수지 재료와 CNT를 복합화함으로써, 가공성이나 강도와 같은 수지의 특성과, 도전성 등의 CNT의 특성을 겸비하는 복합 수지 재료를 제공하는 기술의 개발이 진행되고 있다.

[0004] 예를 들어, 특허문헌 1에는, 불소 수지와, 섬유상 탄소 나노 구조체와, 분산매를 포함하는 슬러리를 조제하고, 얻어진 슬러리로부터 분산매를 제거하여 복합 수지 재료를 얻을 때, 복합 수지 재료를, 소정의 입자경 분포를 갖는 입자상으로 형성하는 공정을 거쳐, 복합 수지 재료를 제조하는 제조 방법이 개시되어 있다. 또한, 예를 들어 특허문헌 2에는, 불소 수지와, 특정량의 카본 나노튜브를 포함하는 불소 수지 성형체로서, 산술 표면 거칠기(Ra)가 특정한 범위에 있는, 불소 수지 성형체 및 그 제조 방법이 개시되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0005] (특허문헌 0001) 국제 공개 제2018/066433호

(특허문헌 0002) 국제 공개 제2021/166743호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 그러나, 상기 특허문헌 1 및 특허문헌 2에 개시된 수지 재료의 제조 방법 등에 있어서는, 수지 재료의 제조시의 수율을 높이는 동시에, 제조한 수지 재료를 성형체로 한 경우의 전기 저항을 낮게 한다는 점에서, 개선의 여지가 있었다.

[0007] 이에, 본 발명은, 전기 저항이 낮은 성형체를 형성 가능한 복합 수지 입자를 고수율로 제조하는 것 등을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0008] 본 발명자는, 상기 목적을 달성하기 위하여 예의 검토를 거듭하였다. 그리고, 본 발명자는, 카본 나노튜브 및 불소 수지를 함유하는 복합 수지 재료를 분쇄하는 분쇄 공정을 포함하는, 복합 수지 입자의 제조 방법에 있어서, 복합 수지 재료 중에 있어서의 CNT의 함유 비율을 소정의 범위로 하는 동시에, 분쇄 공정에 있어서 회전 날개의 회전에 의해 복합 수지 재료를 분쇄함에 있어서, 회전 날개의 이동 거리 D(m)를, C^{CNT}(질량%)로 나눈 값인 D/C^{CNT}의 값이, 1,000 m/질량% 이상 110,000 m/질량% 이하가 되도록 함으로써, 전기 저항이 낮은 성형체를 형성 가능한 복합 수지 입자를 고수율로 제조하는 것이 가능해지는 것을 새롭게 알아내어, 본 발명을 완성시켰다.

[0009] [1] 즉, 이 발명은, 상기 과제를 유리하게 해결하는 것을 목적으로 하는 것으로, 본 발명의 복합 수지 입자의 제조 방법은 카본 나노튜브 및 불소 수지를 함유하는 복합 수지 재료를 분쇄하는 분쇄 공정을 포함하는, 복합 수지 입자의 제조 방법으로, 상기 복합 수지 재료는, 상기 카본 나노튜브의 함유 비율 C^{CNT}(질량%)가, 0.015 질량% 이상 0.200 질량% 이하인, 상기 분쇄 공정에 있어서, 회전 날개의 회전에 의해 상기 복합 수지 재료를 분쇄함에 있어서, 상기 회전 날개의 이동 거리 D(m)를, 상기 C^{CNT}(질량%)로 나눈 값인 D/C^{CNT}의 값이, 1,000 m/질량% 이상 110,000 m/질량% 이하인 것을 특징으로 한다. 이러한 본 발명의 제조 방법에 의하면, 전기 저항이 낮은 성형체를 형성 가능한 복합 수지 입자를 고수율로 제조할 수 있다.

[0010] [2] 여기서, 상기 [1]의 복합 수지 입자의 제조 방법에서는, 상기 카본 나노튜브의 탄소 순도가 99% 이상인 것이 바람직하다. 탄소 순도가 98.0% 이상인 카본 나노튜브를 사용함으로써, 얻어지는 성형체의 전기 저항을 한층 더 저감할 수 있다.

[0011] 한편, 카본 나노튜브의 탄소 순도는, 형광 X선을 사용한 원소 분석이나 열중량 측정 분석(TGA) 등으로부터 얻을 수 있다.

[0012] [3] 또한, 상기 [1] 또는 [2]의 복합 수지 입자의 제조 방법에서는, 상기 카본 나노튜브가 단층 카본 나노튜브를 포함하는 것이 바람직하다. 단층 CNT를 사용함으로써, 얻어지는 성형체의 전기 저항을 한층 더 저감할 수 있다.

[0013] [4] 여기서, 본 발명의 대전 방지용 조성물은, 상기 [1] ~ [3] 중 어느 하나의 복합 수지 입자의 제조 방법에 의해 제조된 복합 수지 입자를 포함하는 것을 특징으로 한다. [5] 또한, 본 발명의 성형체는, 상기 [1] ~ [3] 중 어느 하나의 복합 수지 입자의 제조 방법에 의해 제조된 복합 수지 입자를 성형하여 이루어지는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0014] 본 발명에 의하면, 전기 저항이 낮은 성형체를 형성 가능한 복합 수지 입자를 고수율로 제조할 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0015] 이하, 본 발명의 실시형태에 대하여 상세하게 설명한다.

[0016] 여기서, 본 발명의 복합 수지 입자의 제조 방법은, 카본 나노튜브 및 불소 수지를 포함하는 복합 수지 입자를 제조할 때에 이용한다. 또한, 본 발명의 복합 수지 입자의 제조 방법을 이용하여 제조한 복합 수지 입자는, 본 발명의 대전 방지용 조성물을 제조할 때에 사용한다. 또한, 본 발명의 복합 수지 입자의 제조 방법을 이용하여 제조한 복합 수지 입자의 성형체는, 예를 들어, 반도체 제조 장치 부품, 약액 탱크, 웨이퍼 세정용 용기, 세정용 노즐, 대전 방지 시트, 집적 회로용 트레이, 웨이퍼 캐리어, 약액 호스, 배관 조인트, 다이어프램, 및 시일재 등으로서 유용하다.

[0017] (복합 수지 입자의 제조 방법)

[0018] 본 발명의 복합 수지 입자의 제조 방법은, 카본 나노튜브 및 불소 수지를 함유하는 복합 수지 재료를 분쇄하는 분쇄 공정을 포함하는, 복합 수지 입자의 제조 방법이다. 여기서, 복합 수지 재료는, 카본 나노튜브의 함유 비율 C^{CNT}(질량%)가, 0.015 질량% 이상 0.200 질량% 이하이다. 또한, 분쇄 공정에 있어서, 회전 날개의 회전에 의해 복합 수지 재료를 분쇄함에 있어서, 회전 날개의 이동 거리 D(m)를, C^{CNT}(질량%)로 나눈 값인 D/C^{CNT}의 값이, 1,000 m/질량% 이상 110,000 m/질량% 이하이다. 또한, 본 발명의 복합 수지 입자의 제조 방법에서는, 분쇄 공정에 앞서, 불소 수지와, CNT와, 분산매와, 임의의 첨가제를 혼합하는 혼합 공정, 및 건조 공정을 실시하여, 소정의 복합 수지 재료를 형성하는 것이 바람직하다.

[0019] 그리고, 본 발명의 복합 수지 입자의 제조 방법에 의하면, 전기 저항이 낮은 성형체를 형성 가능한 복합 수지 입자를 고수율로 제조할 수 있다. 그 이유는 분명하지는 않지만, 소정의 CNT 함유량을 만족하는 복합 수지 재료를, 이러한 CNT 함유량에 대한 회전 날개의 이동 거리가 소정의 범위 내가 되는 조건으로 분쇄 처리함으로써, 알맞은 강도의 기계적 분쇄 작용을 복합 수지 재료에 대하여 인가할 수 있기 때문에, 재료로서 배합한 CNT의 구조가 과도하게 손상되지 않고, 또한, 균일한 입자가 형성되기 때문에, 전기 저항이 낮은 복합 수지 입자가 고수율로 형성 가능해지기 때문이라고 추찰된다.

[0020] <혼합 공정>

[0021] 혼합 공정에서는, 불소 수지와, CNT와, 분산매와, 임의의 첨가제를 혼합하여 슬러리를 조제한다.

[0022] [불소 수지]

[0023] 불소 수지로는, 예를 들어, 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE), 테트라플루오로에틸렌퍼플루오로알킬비닐에테르 공중합체(PFA), 테트라플루오로에틸렌헥사플루오로프로필렌 공중합체(FEP), 테트라플루오로에틸렌에틸렌 공중합체(ETFE), 폴리클로로트리플루오로에틸렌(PCTFE), 클로로트리플루오로에틸렌에틸렌 공중합체(ECTFE), 폴리비닐리덴플루오라이드(PVDF), 및 폴리비닐플루오라이드(PVF) 등을 들 수 있다. 그 중에서도, 불소 수지로는, PTFE 또는 PFA가 바람직하고, PTFE가 보다 바람직하다. 한편, 이들은 1종류를 단독으로 사용해도 되고, 2종류 이상을 병용해도 된다.

[0024] 여기서, 혼합 공정에 있어서 사용하는 불소 수지는, 불소 수지 입자인 것이 바람직하다. 불소 수지 입자는, 슬러리 중에서의 분산성이 우수하다. 그 때문에, 불소 수지 입자를 사용하면, 얻어지는 복합 수지 입자의 불소 수지 매트릭스 중에 CNT를 양호하게 분산시켜, 얻어지는 복합 수지 입자의 도전성을 한층 더 향상시킬 수 있다.

[0025] 또한, 불소 수지 입자의 평균 입자경은, 1㎛ 이상인 것이 바람직하고, 5㎛ 이상인 것이 보다 바람직하고, 10㎛ 이상인 것이 더욱 바람직하며, 700㎛ 이하인 것이 바람직하고, 250㎛ 이하인 것이 보다 바람직하고, 150㎛ 이하인 것이 더욱 바람직하다. 불소 수지 입자의 평균 입자경을 1㎛ 이상으로 함으로써, 슬러리 중에 있어서의 CNT의 분산성을 더욱 높일 수 있다. 덧붙여, 불소 수지 입자의 평균 입자경을 700㎛ 이하로 함으로써, 슬러리의 생산성을 향상시킬 수 있다.

[0026] 한편, 본 발명에 있어서, 불소 수지 입자의 「평균 입자경」은, 레이저 회절법으로 입도 분포(체적 기준)를 측정하고, 체적 빈도의 누적이 50%가 되는 입자경을 산출함으로써 구할 수 있다.

[0027] 또한, 불소 수지의 배합량은, 슬러리(100 질량%) 중, 1 질량% 이상인 것이 바람직하고, 3 질량% 이상인 것이 보다 바람직하며, 30 질량% 이하인 것이 바람직하고, 25 질량% 이하인 것이 보다 바람직하다. 수지 입자의 배합량이 상기 범위 내이면, 슬러리 중의 불소 수지 및 CNT의 분산성을 높여, 얻어지는 복합 수지 입자의 도전성을

한층 더 향상시킬 수 있다.

[0028] [카본 나노튜브]

[0029] 카본 나노튜브로는, 단층 카본 나노튜브 및/또는 다층 카본 나노튜브를 사용할 수 있으나, CNT는, 단층부터 5층까지의 카본 나노튜브를 포함하는 것이 바람직하고, 단층 카본 나노튜브를 포함하는 것이 보다 바람직하다. CNT가 단층 카본 나노튜브를 포함하고 있으면, 얻어지는 복합 수지 입자의 도전성을 한층 더 향상시킬 수 있다.

[0030] 여기서, CNT는 탄소 순도가 98.0 질량% 이상인 것이 바람직하고, 99.0 질량% 이상인 것이 보다 바람직하며, 99.5 질량% 이상인 것이 더욱 바람직하다. CNT의 탄소 순도가 상기 하한값 이상이면, 얻어지는 복합 수지 입자 및 성형체의 전기 저항을 한층 더 저감할 수 있다.

[0031] 또한, CNT의 평균 직경은, 1nm 이상인 것이 바람직하며, 60nm 이하인 것이 바람직하고, 30nm 이하인 것이 보다 바람직하고, 10nm 이하인 것이 더욱 바람직하다. CNT의 평균 직경이 1nm 이상이면, CNT의 분산성을 높여, 복합 수지 입자 및 성형체에 안정적으로 도전성 등의 특성을 부여할 수 있다. 또한, CNT의 평균 직경이 60nm 이하이면, 배합량이 적은 경우라도 복합 수지 입자 및 성형체에 효율적으로 도전성 등의 특성을 부여할 수 있다.

[0032] 한편, 본 발명에 있어서, 「CNT의 평균 직경」은, 투과형 전자 현미경(TEM) 화상 상에서, 예를 들어, 20개의 CNT에 대하여 직경(외경)을 측정하고, 개수 평균값을 산출함으로써 구할 수 있다.

[0033] 또한, CNT로는, 평균 직경(Av)에 대한, 직경의 표준 편차(σ: 표본 표준 편차)에 3을 곱한 값(3σ)의 비(3σ/Av)가 0.20 초과 0.60 미만인 CNT를 사용하는 것이 바람직하고, 3σ/Av가 0.25 초과인 CNT를 사용하는 것이 보다 바람직하며, 3σ/Av가 0.40 초과인 CNT를 사용하는 것이 더욱 바람직하다. 3σ/Av가 0.20 초과 0.60 미만인 CNT를 사용하면, 제조되는 복합 수지 입자 및 성형체의 성능을 더욱 향상시킬 수 있다.

[0034] 한편, CNT의 평균 직경(Av) 및 표준 편차(σ)는, CNT의 제조 방법이나 제조 조건을 변경함으로써 조정해도 되고, 다른 제법으로 얻어진 CNT를 복수 종류 조합함으로써 조정해도 된다.

[0035] 그리고, CNT로는, 전술한 바와 같이 하여 측정한 직경을 가로축에, 그 빈도를 세로축에 취하여 플롯하고, 가우시안으로 근사하였을 때에, 정규 분포를 취하는 것이 통상 사용된다.

[0036] 또한, CNT는, 평균 길이가, 10μm 이상인 것이 바람직하고, 50μm 이상인 것이 보다 바람직하고, 80μm 이상인 것이 더욱 바람직하며, 600μm 이하인 것이 바람직하고, 550μm 이하인 것이 보다 바람직하고, 500μm 이하인 것이 더욱 바람직하다. 평균 길이가 10μm 이상이면, 복합 수지 입자 및 성형체 중에 있어서 도전 패스를 양호하게 형성할 수 있고, 또한, 분산성을 향상시킬 수 있다. 그리고, 평균 길이가 600μm 이하이면, 복합 수지 입자 및 성형체의 도전성을 안정화시킬 수 있다. 따라서, CNT의 평균 길이를 상기 범위 내로 하면, 성형체의 표면 저항률을 충분히 저하시킬 수 있다.

[0037] 한편, 본 발명에 있어서, CNT의 평균 길이는, 주사형 전자 현미경(SEM) 화상 상에서, 예를 들어, 20개의 CNT에 대하여 길이를 측정하고, 개수 평균값을 산출함으로써 구할 수 있다.

[0038] 또한, CNT는, 통상, 애스펙트비가 10 초과이다. 한편, CNT의 애스펙트비는, 주사형 전자 현미경 또는 투과형 전자 현미경을 사용하여, 무작위로 선택한 CNT 100개의 직경 및 길이를 측정하고, 직경과 길이의 비(길이/직경)의 평균값을 산출함으로써 구할 수 있다.

[0039] 또한, CNT는, BET 비표면적이, 200 m^2/g 이상인 것이 바람직하고, 400 m^2/g 이상인 것이 보다 바람직하고, 600 m^2/g 이상인 것이 더욱 바람직하며, 2000 m^2/g 이하인 것이 바람직하고, 1800 m^2/g 이하인 것이 보다 바람직하고, 1600 m^2/g 이하인 것이 더욱 바람직하다. CNT의 BET 비표면적이 200 m^2/g 이상이면, CNT의 분산성을 높여, 적은 배합량으로 복합 수지 입자 및 성형체의 도전성 등의 특성을 충분히 높일 수 있다. 또한, CNT의 BET 비표면적이 2000 m^2/g 이하이면, 복합 수지 입자 및 성형체의 도전성 등의 특성을 안정화시킬 수 있다.

[0040] 한편, 본 발명에 있어서, 「BET 비표면적」이란, BET법을 이용하여 측정한 질소 흡착 비표면적을 가리킨다.

[0041] 또한, CNT는, 흡착 등온선으로부터 얻어지는 t-플롯이 위로 볼록한 형상을 나타내는 것이 바람직하다. 한편, 「t-플롯」은, 질소 가스 흡착법에 의해 측정된 CNT의 흡착 등온선에 있어서, 상대압을 질소 가스 흡착층의 평균 두께 t(nm)로 변환함으로써 얻을 수 있다. 즉, 질소 가스 흡착층의 평균 두께 t를 상대압 P/P0에 대하여 플롯한 기지의 표준 등온선으로부터, 상대압에 대응하는 질소 가스 흡착층의 평균 두께 t를 구하여 상기 변환을

행함으로써, CNT의 t-플롯이 얻어진다(de Boer들에 의한 t-플롯법).

[0042] 여기서, 표면에 세공을 갖는 물질에서는, 질소 가스 흡착층의 성장은, 다음의 (1) ~ (3)의 과정으로 분류된다. 그리고, 하기의 (1) ~ (3)의 과정에 의해, t-플롯의 기울기에 변화가 발생한다.

[0043] (1) 전체 표면으로의 질소 분자의 단분자 흡착층 형성 과정

[0044] (2) 다분자 흡착층 형성과 그에 따른 세공 내에서의 모관 응축 충전 과정

[0045] (3) 세공이 질소에 의해 채워진 겉보기 상의 비다공성 표면으로의 다분자 흡착층 형성 과정

[0046] 그리고, 위로 볼록한 형상을 나타내는 t-플롯은, 질소 가스 흡착층의 평균 두께 t가 작은 영역에서는, 원점을 지나는 직선 상에 플롯이 위치하는 것에 비해, t가 커지면, 플롯이 당해 직선으로부터 아래로 어긋난 위치가 된다. 이러한 t-플롯의 형상을 갖는 CNT는, CNT의 전체 비표면적에 대한 내부 비표면적의 비율이 커, CNT에 다수의 개구가 형성되어 있는 것을 나타내고 있다.

[0047] 한편, CNT의 t-플롯의 굴곡점은, 0.2 ≤ t(nm) ≤ 1.5를 만족하는 범위에 있는 것이 바람직하고, 0.45 ≤ t(nm) ≤ 1.5의 범위에 있는 것이 보다 바람직하며, 0.55 ≤ t(nm) ≤ 1.0의 범위에 있는 것이 더욱 바람직하다. CNT의 t-플롯의 굴곡점이 이러한 범위 내에 있으면, CNT의 분산성을 높여, 복합 수지 입자 및 성형체의 도전성 등의 특성을 높일 수 있다. 구체적으로는, 굴곡점의 값이 0.2 미만이면, CNT가 응집하기 쉬워 분산성이 저하되고, 굴곡점의 값이 1.5 초과이면 CNT끼리가 서로 얽히기 쉬워져 분산성이 저하될 우려가 있다.

[0048] 한편, 「굴곡점의 위치」는, 전술한 (1)의 과정의 근사 직선 A와, 전술한 (3)의 과정의 근사 직선 B의 교점이다.

[0049] 또한 CNT는, t-플롯으로부터 얻어지는 전체 비표면적 S1에 대한 내부 비표면적 S2의 비(S2/S1)가 0.05 이상 0.30 이하인 것이 바람직하다. CNT의 S2/S1의 값이 이러한 범위 내이면, CNT의 분산성을 높여, 적은 배합량으로 복합 수지 입자 및 성형체의 도전성 등의 특성을 높일 수 있다.

[0050] 여기서, CNT의 전체 비표면적 S1 및 내부 비표면적 S2는, 그 t-플롯으로부터 구할 수 있다. 구체적으로는, 먼저, (1)의 과정의 근사 직선의 기울기로부터 전체 비표면적 S1을, (3)의 과정의 근사 직선의 기울기로부터 외부 비표면적 S3을 각각 구할 수 있다. 그리고, 전체 비표면적 S1로부터 외부 비표면적 S3을 빼는 것에 의해, 내부 비표면적 S2를 산출할 수 있다.

[0051] 덧붙여, CNT의 흡착 등온선의 측정, t-플롯의 작성, 및 t-플롯의 해석에 기초하는 전체 비표면적 S1과 내부 비표면적 S2의 산출은, 예를 들어, 시판의 측정 장치인 「BELSORP(등록상표)-mini」(닛폰 벨(주) 제조)를 사용하여 행할 수 있다.

[0052] 또한, CNT는, 라만 분광법을 이용하여 평가하였을 때에, Radial Breathing Mode(RBM)의 피크를 갖는 것이 바람직하다. 한편, 3층 이상의 다층 카본 나노튜브의 라만 스펙트럼에는, RBM이 존재하지 않는다.

[0053] 또한, CNT는, 라만 스펙트럼에 있어서의 D 밴드 피크 강도에 대한 G 밴드 피크 강도의 비(G/D비)가 0.5 이상 5.0 이하인 것이 바람직하다. G/D비가 0.5 이상 5.0 이하이면, 제조되는 복합 수지 및 성형체의 성능을 더욱 향상시킬 수 있다.

[0054] 한편, CNT는, 특별히 한정되지 않고, 아크 방전법, 레이저 어블레이션법, 화학적 기상 성장법(CVD법) 등의 기지의 CNT의 합성 방법을 이용하여 제조할 수 있다. 구체적으로는, CNT는, 예를 들어, 카본 나노튜브 제조용의 촉매층을 표면에 갖는 기재 상에 원료 화합물 및 캐리어 가스를 공급하여, 화학적 기상 성장법(CVD법)에 의해 CNT를 합성할 때에, 계 내에 미량의 산화제(촉매 부활 물질)를 존재시킴으로써, 촉매층의 촉매 활성을 비약적으로 향상시킨다는 방법(슈퍼 그로스법; 국제 공개 제2006/011655호 참조)에 준하여, 효율적으로 제조할 수 있다. 한편, 이하에서는, 슈퍼 그로스법에 의해 얻어지는 카본 나노튜브를 「SGCNT」라고 칭하는 경우가 있다.

[0055] 그리고, 슈퍼 그로스법에 의해 제조된 CNT는, SGCNT만으로 구성되어 있어도 되고, SGCNT에 더하여, 예를 들어, 비원통 형상의 탄소 나노 구조체 등 그 밖의 탄소 성분을 포함하고 있어도 된다.

[0056] 그리고, 슬러리 중에 배합하는 CNT의 양 C^{CNT}(질량%)는, 불소 수지의 함유량 및 CNT의 함유량의 합계량을 100 질량%로 하여, 0.015 질량% 이상일 필요가 있고, 0.020 질량% 이상인 것이 바람직하며, 0.200 질량% 이하일 필요가 있고, 0.100 질량% 이하인 것이 보다 바람직하다. CNT의 양 C^{CNT}(질량%)가 상기 하한값 이상이면, 복합 수지

입자 및 성형체의 도전성 등의 특성을 높일 수 있다. 또한 CNT의 양 C^{CNT}(질량%)가 상기 상한값 이하이면, CNT의 분산성이 저하되어 성형체의 도전성 등의 특성에 불균일이 발생하는 것을 억제할 수 있다.

[0057] [분산매]

[0058] 분산매로는, 특별히 한정되는 것은 아니며, 예를 들어, 물, 메틸에틸케톤(MEK) 등의 케톤류, 및 에탄올이나 이소프로필알코올 등의 알코올류 등의 극성 용매, 그리고, 시클로헥산, 톨루엔, 크실렌 등의 탄화수소계 용매 등의 비극성 용매를 들 수 있다. 이들 용매는, 1종류를 단독으로 사용해도 되고, 2종류 이상을 임의의 비율로 조합하여 사용해도 된다.

[0059] 이들 중에서도, 슬러리 중의 성분의 분산성을 향상시키는 관점에서는, 분산매로는, 시클로헥산, 크실렌, 메틸에틸케톤, 및 톨루엔으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1종을 사용하는 것이 바람직하고, 시클로헥산을 사용하는 것이 보다 바람직하다.

[0060] [첨가제]

[0061] 혼합액 중에 임의로 배합할 수 있는 첨가제로는, 특별히 한정되지 않고, 분산제 등의 기지의 첨가제를 들 수 있다.

[0062] 여기서, 분산제로는, CNT의 분산을 보조할 수 있는 기지의 분산제를 사용할 수 있다. 구체적으로는, 분산제로는, 예를 들어 계면 활성제, 다당류, π 공액계 고분자, 및 에틸렌 사슬을 주쇄로 하는 고분자 등을 들 수 있다. 그 중에서도 계면 활성제가 보다 바람직하다.

[0063] 한편, 복합 수지 입자 및 성형체의 도전성이 저하되는 것을 억제하는 관점에서는, 첨가제의 배합량은, 전술한 불소 수지 100 질량부당, 1 질량부 이하인 것이 바람직하고, 0 질량부인(즉, 슬러리는 첨가제를 포함하지 않는) 것이 보다 바람직하다.

[0064] [혼합 방법]

[0065] 그리고, 상술한 불소 수지와, CNT와, 분산매와, 임의의 첨가제를 혼합하여 슬러리를 얻는 방법은, 특별히 한정되지 않는다. 예를 들어, 슬러리 중의 불소 수지 및 CNT의 분산성을 높여, 복합 수지 재료의 성형성을 한층 더 향상시키는 관점에서, 슬러리는, 불소 수지와, CNT와, 분산매와, 임의의 첨가제를 혼합하여 예혼합액을 얻고 나서, 얻어진 예혼합액을, 습식 분산시켜 조제하는 것이 바람직하다.

[0066] 예혼합액은, 교반기를 사용하여 무가압하에서 상기 성분을 혼합함으로써 얻을 수 있다. 한편, 상기 성분을 혼합하는 순서는, 특별히 한정되지는 않고, 전체 성분을 일괄적으로 혼합해도 되고, 일부의 성분을 혼합한 후에 잔부의 성분을 첨가하여 더 혼합해도 된다. 그 중에서도, 간편한 조작으로 혼합액을 조제하는 관점에서는, 전체 성분을 일괄적으로 혼합하는 것이 바람직하다. 또한, 예혼합액 중에 포함되는 각 성분의 비율은, 통상, 원하는 슬러리 중에 포함되는 각 성분의 비율과 동일하게 한다.

[0067] 이와 같이 하여 얻어진 예혼합액을 습식 분산기에 공급하고, 예혼합액에 분산 처리를 실시하여 슬러리를 얻을 수 있다. 습식 분산기는, 분산매 중에 불소 수지 및 CNT 등을 분산시킬 수 있는 분산기이면, 특별히 한정되지 않지만, 습식 미디어리스 분산기가 바람직하다.

[0068] 습식 미디어리스 분산기로는, 고속 교반기, 호모게나이저, 및 인라인 믹서 등의 분산 미디어를 사용하지 않고 습식으로 분산 처리를 하는 것이 가능한 기지의 미디어리스 분산기를 사용할 수 있다. 그 중에서도, CNT에 손상이 발생하는 것을 억제하는 동시에, CNT를 양호하게 분산시키는 관점에서는, 습식 미디어리스 분산기로는, 호모게나이저 또는 인라인 믹서가 바람직하다.

[0069] 그리고, 이와 같이 하여 얻어지는 슬러리는, 불소 수지와, CNT와, 분산매와, 임의의 첨가제를 함유한다. 여기서, 불소 수지로서 불소 수지 입자를 사용한 경우, 얻어지는 슬러리 중에 있어서, 불소 수지는 입자 형상을 유지하고 있어도 되고, 입자 형상 이외의 형상이어도 된다.

[0070] <건조 공정>

[0071] 건조 공정에서는, 상술한 혼합 공정에서 얻어진 슬러리로부터 분산매를 제거하여 복합 수지 재료를 얻는다. 건조 방법은 특별히 한정되지 않고, 드래프트 챔버 등을 사용한 건조 방법, 및 열풍 건조 장치를 사용한 건조 방법 등을 들 수 있다. 건조 시간 및 건조 온도 등의 건조 조건은 정법에 따라 적당히 설정할 수 있다.

[0072] <분쇄 공정>

[0073] 분쇄 공정에서는, 카본 나노튜브 및 불소 수지를 함유하는 복합 수지 재료를 분쇄한다. 보다 구체적으로는, 분쇄 공정에서는 회전 날개의 회전에 의해 복합 수지 재료를 분쇄한다. 한편, 분쇄 공정에 제공하는 복합 수지 재료는, 상기의 혼합 공정 및 건조 공정을 거쳐 얻어진 것이어도 되고, 그 밖의 방도에 따라 얻어진 것이어도 된다. 분쇄 공정에 있어서 회전 날개의 회전에 의해 복합 수지 재료를 분쇄함에 있어서, 회전 날개의 이동 거리 D(m)를, C^{CNT}(질량%)로 나눈 값인 D/C^{CNT}의 값이, 1,000 m/질량% 이상 110,000 m/질량% 이하인 것을 필요로 한다. 또한, D/C^{CNT}의 값은, 2,500 m/질량% 이상 100,000 m/질량% 이하인 것이 바람직하다. D/C^{CNT}의 값이 상기 하한값 이상이면, 균일성을 높임으로써 복합 수지 입자의 수율을 높일 수 있다. 또한, D/C^{CNT}의 값이 상기 상한값 이하이면, 얻어지는 복합 수지 입자 및 성형체의 도전성을 높여 전기 저항을 낮게 할 수 있다.

[0074] 한편, 상기 파라미터 D/C^{CNT}의 값의 결정 인자 중 하나인 「회전 날개의 이동 거리 D(m)」는, 분쇄 공정을 실시할 때의 교반 날개의 원주속도(m/초)에 분쇄 시간(초)을 곱함으로써 산출할 수 있다. 반대로 말하면, 「회전 날개의 이동 거리 D(m)」 값은, 분쇄 공정을 실시할 때의 교반 날개의 원주속도를 크게 하는, 이에 더하여/혹은, 분쇄 시간을 길게 하는 것에 의해 크게 할 수 있다. 반대로, 「회전 날개의 이동 거리 D(m)」 값은, 분쇄 공정을 실시할 때의 교반 날개의 원주속도를 느리게 하는, 이에 더하여/혹은, 교반 시간을 짧게 하는 것에 의해 작게 할 수 있다.

[0075] 그리고, 본 발명자들은, 이와 같이 하여 산출되는 「회전 날개의 이동 거리 D(m)」의 값을, 분쇄 대상인 복합 수지 재료에 있어서의 카본 나노튜브의 함유 비율 C^{CNT}(질량%)로 나누어 얻어지는 파라미터가, 복합 수지 입자의 수율 및 도전성과 상관되는 것을 알아내어, 그 호적 범위를 상기와 같이 설정하였다.

[0076] 분쇄 공정을 실시할 때에 사용하는 분쇄 장치는, 교반 날개를 갖는 것이면 특별히 한정되지 않는다. 분쇄 장치로는, 해쇄·정립·조립의 실시가 가능한 파쇄 조립 정립기 등을 사용할 수 있고, 예를 들어, 밀 믹서, 퀵밀, 원더 크러셔, 헨셀 믹서 등을 사용할 수 있다. 한편, 분쇄 공정은, 특별히 한정되지 않고, 상온 상압 조건하에서 실시할 수 있다.

[0077] (대전 방지용 조성물)

[0078] 본 발명의 대전 방지용 조성물은, 상술한 본 발명의 제조 방법에 따라 얻어진 복합 수지 입자를 포함한다. 본 발명의 대전 방지용 조성물은, 본 발명의 제조 방법에 따라 얻어진 복합 수지 입자를 포함하므로, 도전성이 우수하여 표면 저항이 낮은 대전 방지용 재료를 형성하기 위하여 호적하게 사용할 수 있다. 대전 방지용 조성물은, 임의의 첨가제를 함유하고 있어도 된다.

[0079] 대전 방지용 조성물의 제조 방법은 특별히 한정되지 않는다. 예를 들어, 대전 방지용 조성물은, 본 발명의 제조 방법에 따라 얻어진 복합 수지 입자와, 상술한 임의의 첨가제를, 정법에 따라 혼합함으로써 제조할 수 있다.

[0080] (성형체)

[0081] 본 발명의 성형체는, 상술한 본 발명의 제조 방법에 따라 얻어진 복합 수지 입자를 성형하여 이루어진다. 본 발명의 성형체는, 본 발명의 제조 방법에 따라 얻어진 복합 수지 입자를 포함하므로, 도전성이 우수하여 표면 저항이 낮다.

[0082] 본 발명의 성형체는, 용도에 적합한 기지의 방법에 따라, 상술한 본 발명의 제조 방법에 따라 얻어진 복합 수지 입자를 성형함으로써 얻을 수 있다. 본 발명의 성형체의 제조 방법으로는, 특별히 한정되지 않고, 압축 성형 등의 기지의 성형 방법을 이용하여 행할 수 있다. 또한, 복합 수지 재료를 성형하여 얻어지는 성형체에는, 임의로 소성 처리를 실시해도 된다.

[0083] **실시예**

[0084] 이하, 본 발명에 대하여 실시예에 기초하여 구체적으로 설명하는데, 본 발명은 이들 실시예에 한정되는 것은 아니다. 실시예 및 비교예에 있어서, 각종 측정 및 평가는 하기에 따라 실시하였다.

[0085] <회전 날개의 이동 거리 D(m)의 산출>

[0086] 이동 거리 D(m) = 회전 날개의 원주속도 V(m/초) × 시간(초)에 따라 산출하였다. 회전 날개의 원주속도 V(m/초)는, 교반 날개의 직경 φ(mm), 회전수 N(rpm)으로 하였을 때, $V = \pi \phi N/1000$으로 나타내어진다.

[0087] <표면 저항률>

[0088] 상온의 금형에, 실시예 및 비교예에서 제작한 복합 수지 입자를 충전하고, 예비 성형 압력 9 MPa, 압력 유지 시간 5분간으로 예비 성형품(130mm × 80mm, 두께 2mm)을 얻었다. 이 예비 성형품을 탈형 후, 프리의 상태에서 열풍 순환로에서 370℃, 6시간 소성하였다. 소성 후의 성형품의 표면을 내수 연마지(3000번)로 연마한 후, 저저항은 저항률계 로레스타(미츠비시 화학 애널리텍사 제조, 제품명 「MCP-T610」, 프로브 LSP), 고저항은 저항률계 하이레스타(미츠비시 화학 애널리텍사 제조, 제품명 「MCP-HT800」, 프로브 URSS)를 사용하여 복합 수지 재료의 표면 저항률(Ω/sq.)을 측정하였다.

[0089] <수율의 산출>

[0090] 실시예 및 비교예에 있어서, 건조 공정을 거쳐 얻어진 분쇄 전의 복합 수지 재료의 질량 M1을 측정하였다. 그 후, 분쇄 공정을 거쳐 선경 1.4mm의 메시를 통과시켜 분급한 복합 수지 입자의 질량 M2를 측정하였다. 그리고 수율(%) = M2/M1 × 100에 따라, 수율을 산출하였다. 한편, 이와 같이 하여 산출되는 수율은, 75% 이상인 것이 바람직하다.

[0091] (실시예 1)

[0092] <혼합 공정>

[0093] 5L의 SUS캔에, 분산매로서 시클로헥산을 2720g과, 불소 수지 입자(AGC사 제조, 제품명 「Fluon PTFE G163」, 평균 입경 30μm, 비중 2.15)를 679.32g과, 단층 카본 나노튜브(닛폰 제온사 제조, 제품명 「ZEONANO SG101」, 비중 1.7, 탄소 순도: 99.5%, 평균 직경 3.5nm, 3σ/Av: 0.60, 평균 길이: 450μm, BET 비표면적: 1325 m^2/g; t-플롯: 위로 볼록)를 0.68g을 혼합하고(카본 나노튜브의 불소 수지에 대한 첨가량은 0.100 질량%), 인라인 믹서인 캐비트론(타이헤이요 기공사 제조, 제품명 「CD1000」, 로터/스테이터: 슬릿형, 최소 클리어런스 0.25mm)을 사용하여, 온도 20℃, 회전수 6000 rpm(원주속도: 13 m/초)으로 30분간 분산 처리를 행하여, 불소 수지 입자와, 카본 나노튜브를 포함하는 슬러리상의 분산액을 얻었다.

[0094] <건조 공정>

[0095] 이어서, 슬러리를 불소 코팅 알루미늄 배트(AS ONE 품번: 2-339-07, 모델 번호: 심1호)를 사용하여 드래프트로 건조시켜 분산매를 제거하고, 그 후, 열풍 건조 장치(에스펙사 제조)로 125℃에서, 2시간에 걸쳐 열풍 건조함으로써, 불소 수지 및 단층 카본 나노튜브를 포함하는 복합 수지 재료를 얻었다.

[0096] <분쇄 공정>

[0097] 건조 공정을 거쳐 얻어진 복합 수지 재료를, 교반 날개를 구비하는 분쇄 장치인 밀 믹서를 사용해 분쇄하여, 복합 수지 입자를 얻었다. 분쇄 공정에 있어서의 교반 날개의 원주속도는 교반 날개(회전체) 직경 42mm, 회전수 20000 rpm으로부터 산출하고, 분쇄 시간 6초를 곱하여 회전 날개의 이동 거리를 산출하였다.

[0098] 얻어진 복합 수지 입자를 금형에 투입 후, 압축 성형기(덤벨사 제조, 모델 번호 「SDOP-1032IV-2HC-AT」)를 사용하여, 상온, 압력 9 MPa, 압력 유지 시간 5분의 조건으로 예비 성형을 행하여, 폭 130mm × 80mm, 두께 2mm의 시트상의 예비 성형체를 얻었다. 예비 성형품을 탈형 후, 프리의 상태에서 열풍 순환로에서 370℃, 6시간 소성함으로써, 성형체를 얻었다. 얻어진 성형체에 대하여, 표면 저항률, 수율의 각 평가를 행하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

[0099] (실시예 2)

[0100] 혼합 공정에 있어서 불소 수지를 679.66g으로, CNT 첨가량을 0.34g(CNT의 불소 수지에 대한 첨가량은 0.050 질량%)으로 변경한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 하여, 각종 조작, 측정, 및 평가를 행하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

[0101] (실시예 3)

[0102] 혼합 공정에 있어서 불소 수지를 679.66g으로, CNT 첨가량을 0.34g(CNT의 불소 수지에 대한 첨가량은 0.050 질량%)으로 변경하였다. 또한, 분쇄 공정에 있어서의 교반 날개를 갖는 분쇄기로는, 퀵밀(세이신 기업사 제조, 「QMY-30」)을 사용하였다. 퀵밀의 교반 날개의 원주속도는 교반 날개(회전체) 직경 180mm, 회전수 900 rpm으로부터 산출하고, 분쇄 시간 30초를 곱하여 회전 날개의 이동 거리를 산출하였다. 이러한 점 이외에는, 실시예 1과 동일하게 하여, 각종 조작, 측정, 및 평가를 행하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

[0103] (실시예 4)

[0104] 혼합 공정에 있어서 불소 수지를 679.73g으로, CNT 첨가량을 0.27g(CNT의 불소 수지에 대한 첨가량은 0.040 질량%)으로 한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 하여, 각종 조작, 측정, 및 평가를 행하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

[0105] (실시예 5)

[0106] 혼합 공정에 있어서 불소 수지를 679.83g으로, CNT 첨가량을 0.17g(CNT의 불소 수지에 대한 첨가량은 0.025 질량%)으로 한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 하여, 각종 조작, 측정, 및 평가를 행하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

[0107] (실시예 6)

[0108] 분쇄 공정에 있어서, 교반 날개를 갖는 분쇄 장치로서 원더 크러셔(오사카 케미컬사 제조, 「WC-3L」)를 사용하였다. 분쇄시, 상온의 냉각수를 흘려 열교환하여, 온도 상승을 억제하였다. 교반 날개의 원주속도는 교반 날개(회전체) 직경 100mm, 회전수 9700 rpm으로부터 산출하고, 분쇄 시간 60초를 곱하여 회전 날개의 이동 거리를 산출하였다. 이러한 점 이외에는, 실시예 1과 동일하게 하여, 각종 조작, 측정, 및 평가를 행하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

[0109] (실시예 7)

[0110] 혼합 공정에 있어서 불소 수지를 679.66g으로, CNT 첨가량을 0.34g(CNT의 불소 수지에 대한 첨가량은 0.050 질량%)으로 한 것 이외에는 실시예 6과 동일하게 하여, 성형체를 제작하였다. 이러한 점 이외에는, 실시예 1과 동일하게 하여, 각종 조작, 측정, 및 평가를 행하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

[0111] (실시예 8)

[0112] 혼합 공정에 있어서 불소 수지를 679.73g으로, CNT 첨가량을 0.27g(CNT의 불소 수지에 대한 첨가량은 0.040 질량%)으로 한 것 이외에는 실시예 6과 동일하게 하여, 성형체를 제작하였다. 이러한 점 이외에는, 실시예 1과 동일하게 하여, 각종 조작, 측정, 및 평가를 행하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

[0113] (실시예 9)

[0114] 혼합 공정에 있어서 불소 수지를 679.66g으로, CNT 첨가량을 0.34g(CNT의 불소 수지에 대한 첨가량은 0.050 질량%)으로 하였다. 분쇄 공정에 있어서, 교반 날개를 갖는 분쇄 장치로는, 헨셀 믹서인 FM 믹서(닛폰 코크스사 제조, 「FM10」)를 사용하였다. 분쇄시, 상온의 냉각수를 흘려 열교환하여, 온도 상승을 억제하였다. 교반 날개의 원주속도는 1000 m/분, 분쇄 시간 5분을 곱하여 회전 날개의 이동 거리를 산출하였다. 이러한 점 이외에는, 실시예 1과 동일하게 하여, 각종 조작, 측정, 및 평가를 행하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

[0115] (비교예 1)

[0116] 혼합 공정에 있어서 불소 수지를 679.93g으로, CNT 첨가량을 0.07g(CNT의 불소 수지에 대한 첨가량은 0.010 질량%)으로 한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 하여, 각종 조작, 측정, 및 평가를 행하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

[0117] (비교예 2)

[0118] 혼합 공정에 있어서 불소 수지를 679.83g으로, CNT 첨가량을 0.17g(CNT의 불소 수지에 대한 첨가량은 0.025 질량%)으로 한 것 이외에는 실시예 6과 동일하게 하여, 성형체를 제작하였다. 이러한 점 이외에는, 실시예 1과 동일하게 하여, 각종 조작, 측정, 및 평가를 행하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

[0119] (비교예 3)

[0120] 분쇄 공정에 있어서, 교반 날개를 갖는 분쇄 장치로서 원더 크러셔(오사카 케미컬사 제조, 「WC-3L」)를 사용하였다. 분쇄시, 상온의 냉각수를 흘려 열교환하여, 온도 상승을 억제하였다. 교반 날개의 원주속도는 교반 날개(회전체) 직경 100mm, 회전수 9700 rpm으로부터 산출하고, 분쇄 시간 300초를 곱하여 회전 날개의 이동 거리를 산출하였다. 이러한 점 이외에는, 실시예 1과 동일하게 하여, 각종 조작, 측정, 및 평가를 행하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

[0121] (비교예 4)

[0122] 분쇄 공정에 있어서, 분쇄 시간을 1초로 한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 하여, 각종 조작, 측정, 및 평가를 행하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

표 1

			실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6	실시예 7	실시예 8	실시예 9	비교예 1	비교예 2	비교예 3	비교예 4
CNT	함유 비율 C^{CNT}	질량%	0.100	0.050	0.050	0.040	0.025	0.100	0.050	0.040	0.050	0.010	0.025	0.100	0.100
폴소 수지	PTFE 함유 비율	질량%	99.900	99.950	99.950	99.960	99.975	99.900	99.950	99.960	99.950	99.990	99.975	99.900	99.900
분쇄 공정	분쇄기 종류	-	밀 믹서	밀 믹서	퀵 밀	밀 믹서	밀 믹서	원더 크러셔	원더 크러셔	원더 크러셔	첸셀 믹서	밀 믹서	원더 크러셔	원더 크러셔	밀 믹서
	회전 날개의 이동 거리 D	m	250	250	250	250	250	3000	3000	3000	5000	250	3000	15000	40
	D/C^{CNT}	m/질량%	2,500	5,000	5,000	6,250	10,000	30,000	60,000	75,000	100,000	25,000	120,000	150,000	400
평가	표면 저항률	Ω/sq.	1.4×10^{3}	3.6×10^{3}	8.5×10^{3}	1.3×10^{4}	2.0×10^{5}	6.6×10^{5}	8.5×10^{6}	5.2×10^{6}	3.7×10^{4}	2.1×10^{15}	2.0×10^{10}	1.3×10^{11}	1.2×10^{3}
	수율		82%	77%	99%	81%	79%	86%	89%	87%	>99%	76%	86%	93%	37%

[0123]

[0124] 표 1로부터, 분쇄 대상의 복합 수지 재료 중에 있어서의 CNT의 함유 비율을 소정의 범위(CNT의 함유 비율 C^{CNT}가 0.015 질량% 이상 0.200 질량% 이하)로 하는 동시에, 분쇄 공정에 있어서 회전 날개의 회전에 의해 복합 수지 재료를 분쇄함에 있어서, 회전 날개의 이동 거리 D(m)를, C^{CNT}(질량%)로 나눈 값인 D/C^{CNT}의 값이, 1,000 m/질량% 이상 110,000 m/질량% 이하가 되도록 한 실시예 1 ~ 9에서는, 전기 저항이 낮은 성형체를 형성 가능한 복합 수지 입자를 고수율로 제조할 수 있었던 것을 알 수 있다.

[0125] 한편, CNT의 함유 비율 C^{CNT}가 0.015 질량% 미만인 비교예 1, D/C^{CNT}의 값이, 소정의 범위(1,000 m/질량% 이상

110,000 m/질량% 이하) 밖인 비교예 2 ~ 4에서는, 얻어지는 성형체의 전기 저항이 높거나, 혹은 복합 수지 입자의 수율이 충분하지는 않았던 것을 알 수 있다.

산업상 이용가능성

[0126] 산업상 이용가능성

[0127] 본 발명에 의하면, 전기 저항이 낮은 성형체를 형성 가능한 복합 수지 입자를 고수율로 제조할 수 있다.