

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 (43) 공개일자	10-2011-0027368 2011년03월16일
(51) Int. Cl.	(71) 출원인 인하대학교 산학협력단 인천 남구 용현동 253 인하대학교 (72) 발명자 심상은 인천시 남구 용현동 253 인하대학교 화학공학과 박은주 인천시 남구 용현동 253 인하대학교 화학공학과 박동화 인천시 남구 용현동 253 인하대학교 화학공학과 (74) 대리인 이원희		
	B82B 3/00 (2006.01) C01B 31/02 (2006.01) (21) 출원번호 10-2009-0085433 (22) 출원일자 2009년09월10일 심사청구일자 2009년09월10일		

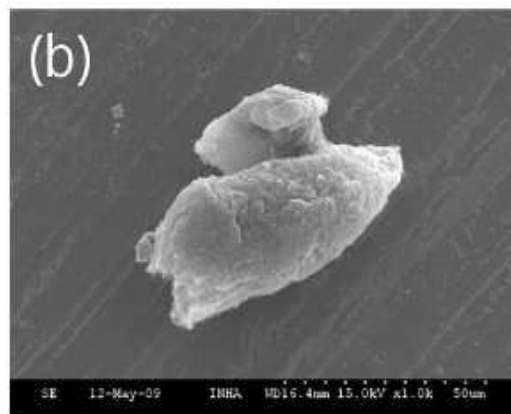
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 라텍스 응집법에 의한 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체 제조 방법 및 이를 이용한 전도성 필름

(57) 요약

본 발명은 라텍스 응집법에 의한 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체 제조 방법에 관한 것으로, 더욱 구체적으로는 탄소나노튜브를 불소수지에 분산시킨 후 라텍스 응집과정(aggregation)을 통해 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체를 제조하는 방법에 관한 것이다. 본 발명의 라텍스 응집 방법에 따르면 탄소나노튜브가 균일하게 분산된 입자형태의 불소수지/탄소나노튜브 복합체를 얻을 수 있고, 얻어진 입자형태의 복합체는 직접 사용하거나 다시 불소수지/탄소나노튜브 복합체 제조에 있어 마스터 배치로 사용할 수 있으므로 복합체의 전기적인 성질, 열적 성질, 물리적 성질 및 기계적 성질이 매우 우수할 것으로 기대된다. 본 발명에서는 고온성형을 통해 얻어진 결과물을 필름형태로 제조하여 형성된 전도성 필름의 입자 내부 또는 표면에 존재하는 탄소나노튜브의 높은 분산성으로 인하여 전기적인 특성이 매우 우수함을 관찰하였다.

대표도 - 도2b



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1188202076

부처명 한국산업기술평가원

연구관리전문기관

연구사업명 지역혁신센터(RIC)

연구과제명 열플라즈마환경기술연구센터 2009년도 사업

기여율

주관기관 지식경제부

연구기간 2009년 03월 01일 ~ 2010년 02월 28일

특허청구의 범위

청구항 1

탄소나노튜브를 세틸트리메틸암모늄브로마이드(Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide), 디알킬디메틸 암모늄 클로라이드(dialkyldimethyl ammonium chloride)(DDAC), 이미다졸륨 염(imidazolium salt), 및 에스터 함유 4급 암모늄 염(ester-containing quaternary ammonium salt)(EQ)를 포함하는 군으로부터 선택되는 양이온성 계면활성제를 이용하여 수용액상에 분산시키는 단계(단계 1); 및

상기 수용액상에 분산된 탄소나노튜브를 불소수지 분산액에 분산시킨 후 라텍스를 형성하는 불소수지의 유리전이온도 이상의 온도에서, 응집제를 사용한 라텍스 응집과정(aggregation)을 통해 불소수지/탄소나노튜브 복합체를 제조하는 단계(단계 2)를 포함하는 것을 특징으로 하는 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체의 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서, 상기 라텍스 응집과정은 탄소나노튜브 분산액, 불소수지 분산액 및 응집제를 혼합하고 교반하는 단계; 상기 혼합물을 40 ~ 50 °C의 온도로 승온시키는 단계; 및 상기 혼합물을 재교반하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체의 제조방법.

청구항 3

제 1항에 있어서, 상기 응집제는 소듐클로라이드, 마그네슘클로라이드, 알루미늄클로라이드, 폴리알루미늄클로라이드 및 폴리알루미늄설포실리케이트를 포함하는 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체의 제조방법.

청구항 4

제 1항에 있어서, 상기 불소수지를 형성하는 고분자는 폴리테트라플루오르에틸렌(테프론), 테트라플루오르에틸렌-퍼플루오르알킬비닐에테르 공중합체(PFE), 테트라플루오르에틸렌-헥사플루오르프로필렌 공중합체(FEP), 에틸렌-테트라플루오르에틸렌 공중합체(ETFE), 폴리플루오르화비닐(PVF), 폴리에틸렌클로로트리플루오르에틸렌(ECTFE), 폴리플루오르화비닐리덴(PVDF), 폴리클로로트리플루오르에틸렌(PCTFE), 과불화탄성체(FFKM) 및 이들의 혼합물을 포함하는 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체의 제조방법.

청구항 5

제 1항 내지 제 3항의 방법으로 제조된 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체를 이용한 전도성 필름.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은 불소수지/탄소나노튜브 복합재료의 제조방법에 관한 것으로, 더욱 구체적으로는 탄소나노튜브를 수용액상에 분산시키는 단계, 및 상기 수용액상에 분산된 탄소나노튜브를 불소수지 분산액에 분산시킨 후 라텍스 응집과정을 통해 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체를 제조하는 단계를 포함하는 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체의 제조방법 및 이를 이용한 전도성 필름에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 탄소나노튜브는 1991년 Iijima에 의해 기계적, 열적, 전기적인 물리적 특성이 확인된 후 많은 연구자들이 탄소나노튜브의 우수한 성질을 나타내는 복합 재료를 만들기 위해 노력하고 있다. 탄소나노튜브는 가장 적합한 탄소섬유로 그래프 표면적이 탄소섬유와 비교하여 500배이며, 종횡비는 10^3 정도로 고분자의 보강제로서 많은 관심을 받고 있다.
- [0003] 고분자에 탄소나노튜브를 균일하게 분산시키는 기술은 탄소나노튜브의 자체 물성 감소를 최소화하기 위해 매우 다양한 방법들이 있다. 가장 중요한 핵심 기술은 탄소나노튜브를 손상시키지 않으면서 고분자에 균일하게 분산시키는 것과 탄소나노튜브와 고분자 매트릭스간의 젖음성(wettability) 및 접착력(adhesion)을 향상시켜 계면간의 인력을 증가시키는 것이다. 일반적으로 탄소나노튜브는 높은 반데르발스 인력과 매우 큰 종횡비를 가지므로 자체적인 응집이 발생하는데, 이러한 구조적인 특징은 탄소나노튜브의 물성이 고분자 매트릭스에 균일하게 전달되지 못하게 한다. 이러한 문제점을 해결하기 위한 기존의 방법으로는 첫째, 탄소나노튜브의 전처리, 둘째, 용융혼합, 셋째, in-situ 중합, 넷째, 용액처리법 등이 있다.
- [0004] 첫 번째 방법인 탄소나노튜브의 전처리는, 초음파나 플라즈마 또는 볼-밀(ball-mill)을 통해서 탄소나노튜브의 자체 응집된 부분을 풀어주거나 표면을 처리하는 방법이다. 하지만 이러한 방법은 전처리 과정동안 탄소나노튜브가 파괴되는 문제점이 있다. 전처리 방법의 일환으로, 비활성인 탄소나노튜브 표면에 극성을 부여하기 위하여 -OH, -COCl, -COOH 등과 같은 화학 작용기를 치환시켜 고분자/탄소나노튜브 나노복합재료를 제조하는 방법도 알려져 있다(Angew Chem. Int. Ed., 41, 1853(2002)).
- [0005] 두 번째인 용융혼합법은 압출, 사출성형 등과 같은 고분자의 범용 가공기술에 쉽게 적용할 수 있기 때문에 공정상 간단하고, 또한 환경에 유해한 유기용매가 사용되지 않는 장점을 지니고 있으며, 다양한 플라스틱과 고무소재를 매트릭스로 사용할 수 있는 이점이 있다. 하지만 이 경우 탄소나노튜브의 응집된 형태가 그대로 잔존하게 되어 이상적으로 분산된 구조를 얻기 어렵고, 가해진 전단력에 의하여 고분자가 분해되거나 탄소나노튜브가 파괴될 수 있다는 문제점이 보고되고 있다(미국 공개특허 제 2002/0143094 A1).
- [0006] 세 번째 in-situ 중합법은 탄소나노튜브를 매트릭스로 사용하고자 하는 액체 상태의 고분자 단량체와 혼합하여 초음파를 가한 후 과상내지 용액중합을 시키는 방법이다. 그러나 과상중합 시 중합이 진행됨에 따라 상승하는 반응열 및 점도를 조절하기가 용이하지 않으며, 중합 도중 탄소나노튜브의 응집이 발생하는 문제점이 있다(Materials Science & Engineering, C23, 87(2003)).
- [0007] 최근에는 미국 플로리다 주립대학교, 영국의 서섹스 대학교, 중국의 상해 지오통대학의 연구팀에서 공동 연구한 다벽 탄소나노튜브에 가교된 폴리우레아(Chao Gao; Harold W. Kroto; Simon. J.Phys.Chem.B 2005)가 소개되었다. 이 경우는 공유결합을 이용하여 탄소나노튜브를 기능화 시키는 실험인데, 이 실험은 실험 수행과정에서 사용되는 티오닐클로라이드(SOCl₂)가 수분에 노출되면 인체에 유독한 가스를 발생시켜, 흡입 시 두통, 후두염, 부종, 심각한 폐 손상 등을 야기할 수 있고, 피부 접촉 시에도 인체에 심각한 상해를 입힐 수 있으므로 고도의 주의를 요하는 등 사용에 어려움이 있다.
- [0008] 미국 공개특허 20040223900A1과 국제 공개특허 2005028174A2 에서도 공유결합을 이용하여 탄소나노튜브를 기능화 시키고 있는데, 이 경우도 역시 실험 수행과정에서 티오닐클로라이드(SOCl₂)가 사용되므로 상기와 같은 어려움이 있다. 국내 공개특허 특2001-0102598 호는 티오닐클로라이드는 아니지만 황을 함유하고 있는 티오우레아(CS(NH₂)₂)를 사용하고 있어 역시 환경적인 문제를 갖고 있다.
- [0009] 유럽 특허 03252762.4 의 경우 반데르 발스 인력을 이용하거나 고분자로 미리 나노튜브를 둘러싸는 방법과 같이 비공유결합에 의한 개질을 이용하고 있다. 이와 같은 비공유결합 개질은, 탄소나노튜브를 손상시키지 않아 고

유의 물성을 저하시키지 않는 장점이 있는 반면 계면의 접착력이 불충분하여 충분한 응력이 전달되지 않을 수 있다는 문제점이 있다.

[0010] 이에 본 발명의 발명자들은 탄소나노튜브의 물성을 손상시키지 않는 비파괴적 방법으로 탄소나노튜브를 불소수지 상에 균일하게 분산시키되, 탄소나노튜브와 불소수지간의 접착력이 충분한 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체를 연구하여 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

[0011] 본 발명은 탄소나노튜브를 균일하게 함유한 전도성 불소수지 나노복합체를 제조하는 방법에 관한 것이다. 또한, 본 발명은 상기 나노복합체를 이용한 전도성 필름에 관한 것이다.

과제 해결수단

[0012] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 탄소나노튜브를 수용액상에 분산시키는 단계, 및 상기 수용액상에 분산된 탄소나노튜브를 불소수지 분산액에 분산시킨 후 라텍스 응집과정을 통해 불소수지/탄소나노튜브 복합체를 제조하는 단계를 포함하는 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체의 제조방법을 제공한다. 또한, 본 발명은 상기의 방법으로 제조된 나노복합체를 고온성형하여 제조된 전도성 필름을 제공한다.

효 과

[0013] 본 발명에 따르면, 불소수지 매트릭스 상에 탄소나노튜브가 균일하게 분산되고, 탄소나노튜브와 불소수지 사이의 계면 접착력이 우수한 나노복합체를 얻을 수 있으며, 이에 따라, 탄소나노튜브의 우수한 물성이 유지되는 나노복합체를 얻을 수 있다. 또한, 본 발명에 따르면, 전기적 특성이 매우 뛰어난 전도성 필름을 얻을 수 있어, 관련 응용분야에서 유용하게 사용될 수 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

[0014] 본 발명은 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체의 제조방법을 제공한다.

[0015] 본 발명에서 탄소나노튜브는 다중벽 탄소나노튜브(Multiwall Carbon Nanotube)와 단일벽 탄소나노튜브(Single Wall Carbon Nanotube)가 모두 사용될 수 있다. 탄소나노튜브의 활용에 있어서 가장 문제점은 그것이 가진 발데르 발스 힘이 매우 강력하기 때문에 서로 뭉치려는 성질이 강하여 분산이 잘 안 된다는 것이다. 이런 문제에 대한 해결책으로 탄소나노튜브의 표면에 물리적 또는 화학적 결합을 통하여 분산성을 높이는 방법이 사용되어 왔다.

[0016] 화학적 결합은 물리적 결합에 비하여 훨씬 강한 결합성을 갖기 때문에 탄소나노튜브의 표면에 화학적 결합력을 갖는 하이드록실기, 카르복실기, 아민기 등의 작용그룹을 결합시키는 방법이 탄소나노튜브 복합체의 제조과정에 사용되어 왔다. 반면 물리적 결합은 그 성능이 오래가지 못한다는 단점이 있지만 탄소나노튜브의 물성을 손상시키지 않는 장점이 있다.

[0017] 본 발명에서는 양이온성 계면활성제를 이용하여 수용액내 탄소나노튜브의 분산성을 증가시키는 방법을 사용하였다. 물리적인 분산방법으로는 양이온성 계면활성제 이외에도 음이온성, 비이온성 계면활성제 그리고 매크로 모노머 등의 공지된 분산제가 사용될 수 있다.

[0018] 탄소나노튜브를 수용액상에 분산시키는데 있어서 탄소나노튜브의 양은 특별히 제한되지 않는다. 그러나 탄소나노튜브를 불소수지의 고형분 대비 0.001 wt% ~ 50 wt% 사이로 넣어주고 초음파로 분산시키는 것이 바람직하다. 이때 탄소나노튜브의 함량이 0.001 wt% 미만에서는 복합체의 물성이 저하되며 50 wt%를 초과하는 경우 탄소나노튜브의 엉김이 발생할 수 있다.

[0019] 본 발명의 목적에 따라 사용 가능한 불소수지를 형성하는 고분자는 폴리테트라플루오르에틸렌(테프론), 테트라플루오르에틸렌-퍼플루오르알킬비닐에테르 공중합체(PFE), 테트라플루오르에틸렌-헥사플루오르프로필렌 공중합체(FEP), 에틸렌-테트라플루오르에틸렌 공중합체(ETFE), 폴리플루오르화비닐(PVF), 폴리에틸렌클로로트리플루오르에틸렌(ECTFE), 폴리플루오르화비닐리덴(PVDF), 폴리클로로트리플루오르에틸렌(CTFE), 과불화탄성체(FFKM) 및 이들의 혼합물을 포함하는 군으로부터 선택되는 것이 바람직하다. 소수성 콜로이드 상태의 불소수지 입자는 음이온성 계면활성제에 의해 물에 분산된다. 산업용 불소수지는 베어링(bearing)이나 밀봉재(seal) 코팅을 위한 블렌드(blend)의 제조에 이용되며 다양한 보강제와 응집시켜 다수의 목적에 요구되는 복합체의 제작에 이용할 수 있다.

[0020] 이하 본 발명을 단계별로 구체적으로 설명한다.

[0021] 본 발명의 단계 1은 탄소나노튜브를 수용액상에 분산시키는 단계이다. 수용액상에 탄소나노튜브를 분산시키기 전, 잔류금속촉매를 제거하기 위하여, 탄소나노튜브에 대한 전처리를 하는 것이 바람직하다. 상기 목적을 달성하기 위한 전처리는 탄소나노튜브에 대한 산처리 및 환류에 의하여 수행될 수 있다. 상기와 같은 전처리 후, 탄소나노튜브는 계면활성제와 함께 증류수에서 분산된다. 이때, 계면활성제는 양이온성 계면활성제, 음이온성 계면활성제, 비이온성 계면활성제 또는 매크로 모노머 등의 공지 분산제가 사용될 수 있으며, 양이온성 계면활성제는 세틸트리메틸암모늄브로마이드(Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide), 디알킬디메틸 암모늄 클로라이드(dialkyldimethyl ammonium chloride)(DDAC), 이미다졸륨 염(imidazolium salt), 및 에스터 함유 4급 암모늄 염(ester-containing quaternary ammonium salt)(EQ)를 포함하는 군으로부터 선택되는 것이 바람직하다. 계면활성제 등과 같은 분산제와 초음파 교반을 통하여, 탄소나노튜브는 수용액상에 균일하게 분산된다.

[0022] 본 발명의 단계 2는 탄소나노튜브가 균일하게 분산된 수용액을 불소수지 분산액에 분산시킨 후 라텍스 응집과정을 통해 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체를 제조하는 단계이다. 먼저 산업용 불소수지 분산액을 균질기로 교반해주고 상기 탄소나노튜브를 분산시킨 수용액을 넣어준다. 불소수지와 탄소나노튜브 분산 수용액이 잘 교반되었을 때 응집제를 넣어 응집시킨다.

[0023] 응집제는 특별히 제한되지 않고, 공지된 모든 종류의 전해질 응집제가 단독으로 또는 2종 이상이 함께 사용될 수 있다. 예를 들어, 소듐클로라이드, 마그네슘클로라이드, 알루미늄클로라이드, 폴리알루미늄클로라이드(이하 PAC이라 약함), 폴리알루미늄설포실리케이트(PASS) 또는 이들의 다른 유사한 염이 사용될 수 있다. 본 발명의 바람직한 실시예에서는 PAC (polyaluminium chloride)를 적합한 응집제로 선택 사용하였다.

[0024] 이하 상기 라텍스 응집 반응을 상세히 설명한다.

[0025] 본 응집 반응의 목적은 탄소나노튜브가 균질하게 분산된 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체를 형성하는 것이다. 상기와 같이 탄소나노튜브 분산 수용액과 불소수지 분산액을 혼합한 후, 균질기를 이용하여 교반시킨다. 교반 후 40 ~ 50 °C의 온도로 승온시켜 약 1 시간동안 입자를 성장시킨다. 이후 5 M의 NaOH 용액을 pH가 9 ~ 10 사이가 되도록 넣어주고 다시 교반하여 균일한 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체를 형성한다.

- [0026] 이렇게 응집시키면 탄소나노튜브와 불소수지 입자가 상호응집을 하여 입자상 형태로 응집된 탄소나노튜브와 불소수지의 나노복합체가 얻어진다. 바람직하게는 응집과정을 통해 성장시킨 입자는 도 2b와 같이 완전한 구형이 아닌 찌그러진 형태의 구형의 모양을 한다.
- [0027] 나아가, 본 발명은 상기 방법으로 제조된 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체를 이용한 전도성 필름을 제공한다.
- [0028] 상기 방법으로 제조된 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체에 대하여 세척 및 건조를 수회 반복하고, 이를 최종적으로 건조시킨다. 건조된 나노복합체를 프레스를 이용하여 고온에서 힘을 가해 필름으로 성형시킨다.
- [0029] 이하 구체적인 실시예를 통해 본 발명을 보다 상세히 설명한다. 그러나 다음의 실시예에 의해 본 발명의 범위가 한정되는 것은 아니며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 본 발명의 기술사상과 아래에 기재될 특허청구범위의 균등범위 내에서 다양한 수정 및 변형이 가능한 것은 물론이다.
- [0030] <실시예 1>
- [0031] 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체의 제조 1
- [0032] (1) 탄소나노튜브의 준비
- [0033] 본 실시예에서는 CVD(thermal chemical vapor deposition) 방법으로 합성된 MWNT(multiwalled carbon nanotubes)를 사용하였다. 먼저 카본나노튜브는 사용하기 전에 잔류하는 금속촉매를 제거하기 위해서 12시간 동안 60℃에서 3M의 질산으로 처리하고 6시간 동안 120℃에서 5M의 염산에서 환류시켜 전처리하였다.
- [0034] (2) 물상에 분산된 탄소나노튜브의 준비
- [0035] 계면활성제 CTAB (Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide)를 CMC(critical micell concentration)에 맞춰 8M의 농도로 증류수에 녹여서 20 ml를 준비하고 작용기로 기능화되지 않은 탄소나노튜브를 불소수지의 고형분 대비 0.1wt%를 넣어주고 초음파로 10분간 분산시켰다.
- [0036] (3) 응집제의 준비
- [0037] PAC 17% 용액 3 g, 질산(64%) 0.93 g, 증류수 47 g을 섞어서 사용하였다. 용액의 pH는 pH미터를 사용하여 측정하였고 그 값은 2.7~3.3 사이였다.
- [0038] (4) 응집반응
- [0039] 상온, 25℃에서 250ml 삼각 플라스크에서 PTFE 불소수지(DuPont사 TE3890사용) 10g과 응집제 1.0 g, MWNTs/CTAB 0.1 wt%(불소수지의 고형분 대비) 용액 70 ml를 넣고 균질기를 사용하여 6,100 rpm에서 5분간 교반시켰다. 교반 후에 40℃에서 30분 동안 입자의 크기를 성장시켰다. 용액에 5M의 NaOH용액을 pH가 9가 되도록 넣어주고 15분 동안 300rpm으로 교반하여 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체를 제조하였다.
- [0040] <실시예 2~6>
- [0041] 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체의 제조 2~6
- [0042] 탄소나노튜브를 라텍스의 고형분 대비 각각 0.2wt%, 0.3wt%, 1wt%, 3wt%, 및 5wt%를 넣어준 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체를 제조하였다.

- [0043] <실시예 7>
- [0044] 전도성 필름의 제조 1
- [0045] (1) 세척
- [0046] 상기 실시예 1에서 얻은 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체를 pH 9 증류수로 진공 여과기에서 친수성 멤브레인 필터(Mixed Cellulose Ester)를 사용하여 세척하고 동일한 방법으로 증류수로 3번 반복 세척 후에 pH 4의 증류수로 한번 세척하였다. 마지막으로 상온의 증류수로 한번 세척한 후에 상온에서 건조시켰다.
- [0047] (2) 고온 성형 (hot pressing)
- [0048] 위 과정에서 건조시킨 반응물을 프레스를 이용해 고온(90℃)에서 힘을 가해 필름으로 형성시켜 전도성 필름을 제조하였다.
- [0049] <실시예 8~12>
- [0050] 전도성 필름의 제조 2~6
- [0051] 각각 실시예 2~6에서 얻은 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체를 사용한 것을 제외하고는 실시예 7과 동일한 방법으로 전도성 필름을 제조하였다.
- [0052] <실험예 1>
- [0053] 불소수지 시료 입자크기 측정
- [0054] 상기 실시예 1에서 사용된 불소수지 시료를 투과 전자현미경을 통하여 관찰하였다. 그 결과는 도 1에 나타난 바와 같으며, 실시예 1에서 사용된 불소수지 시료의 입자는 22 nm의 평균 입자크기를 가짐을 알 수 있다.
- [0055] <실험예 2>
- [0056] 불소수지/탄소나노튜브 나노복합체의 크기 측정
- [0057] 상기 실시예 1에서 제조된 불소수지/탄소나노튜브 복합체를 주사 전자현미경을 관찰하였다. 그 결과는 도 2와 같으며, 도 2(b)는 생성된 나노복합체 입자의 사진이며, 또 2(a)는 복합체의 표면을 관찰하기 위하여 이를 확대한 사진이다. 또한, 실시예 1에서 제조된 복합체를 입도 분석기(Particles size analysis)를 사용하여 입자크기를 측정하고, 도 3에 직경의 분포, 평균입자크기 및 C.V.(Coefficient of Variation)값을 나타내었다.
- [0058] <실험예 3>
- [0059] 전도성 필름의 전기전도도 측정
- [0060] 실시예 7~12 및 비교예 1에서 제조된 전도성 필름으로 셀을 제작하여 four-point probe법으로 전기전도도를 측정하였으며, 측정 데이터를 도 4에 나타내었다.
- [0061] 도 4에 따르면, 불소수지 대비 탄소나노튜브의 농도가 1 wt%를 경계로 절연 영역에서 전도성 영역으로 변화하는 퍼콜레이션(percolation) 현상이 관찰됨을 알 수 있다. 이는 공지의 탄소나노튜브/고분자 복합체를 사용한 전도성 필름과 비교하여, 본 발명에 따른 전도성 필름이 낮은 탄소나노튜브 농도에서도 뛰어난 전기전도도를 보임을 알 수 있다.

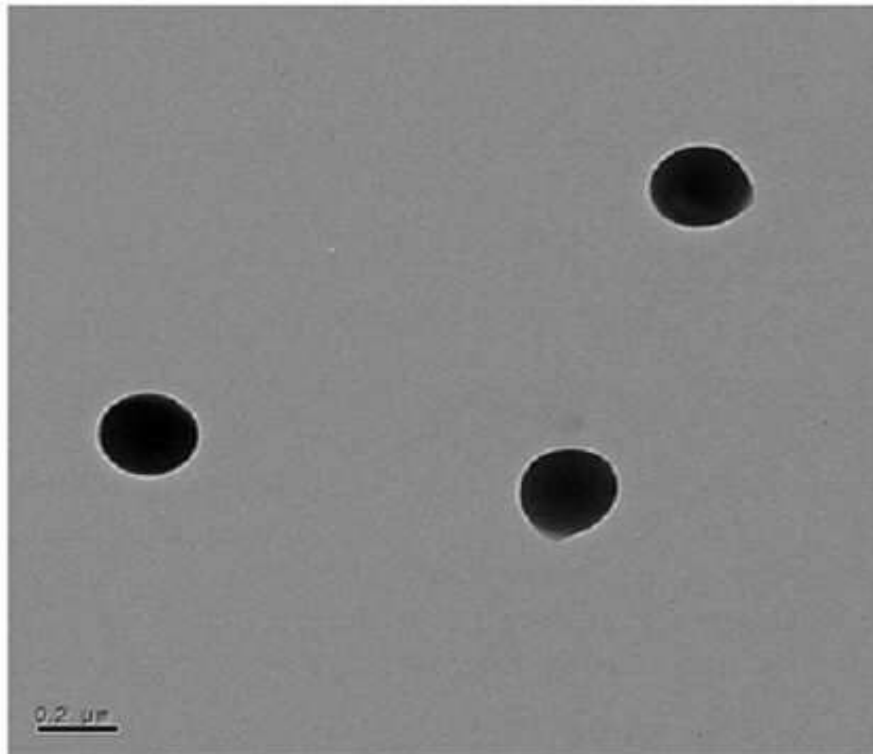
도면의 간단한 설명

- [0062] 도 1은 본 발명의 실시예 1에서 사용된 불소수지 시료에 대한 투과전자현미경 사진이고,

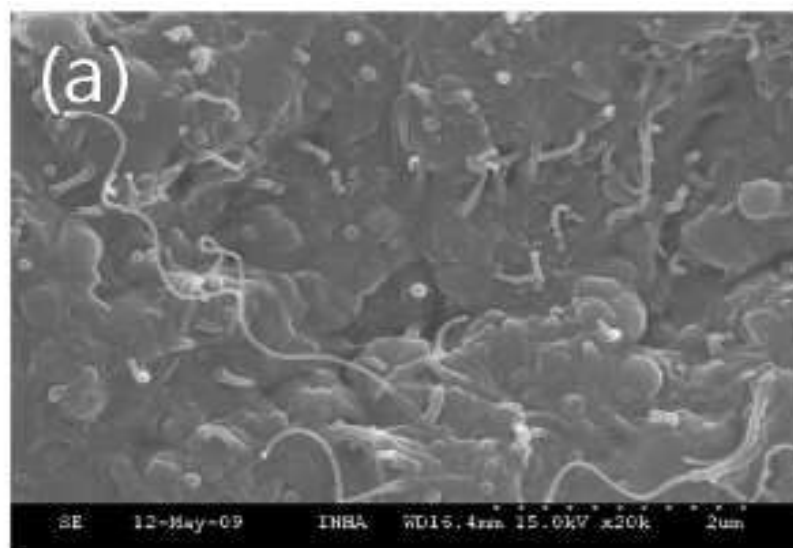
- [0063] 도 2a 및 2b는 본 발명의 실시예 1에서 제조된 복합체의 주사 전자 현미경 사진이고,
- [0064] 도 3는 본 발명의 실시예1에서 제조된 입자 형태의 복합체를 입도 분석기(Particles size analysis)를 사용하여 측정한 입자 크기를 나타내는 그래프이고,
- [0065] 도 4는 본 발명의 실시예 7~12에서 제조된 전도성 필름의 전기전도도를 측정하여 나타낸 그래프이다.

도면

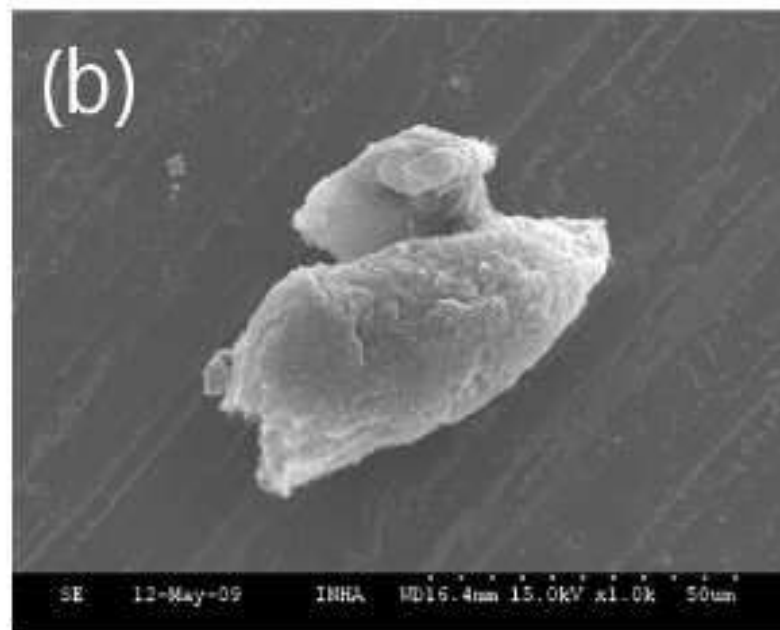
도면1



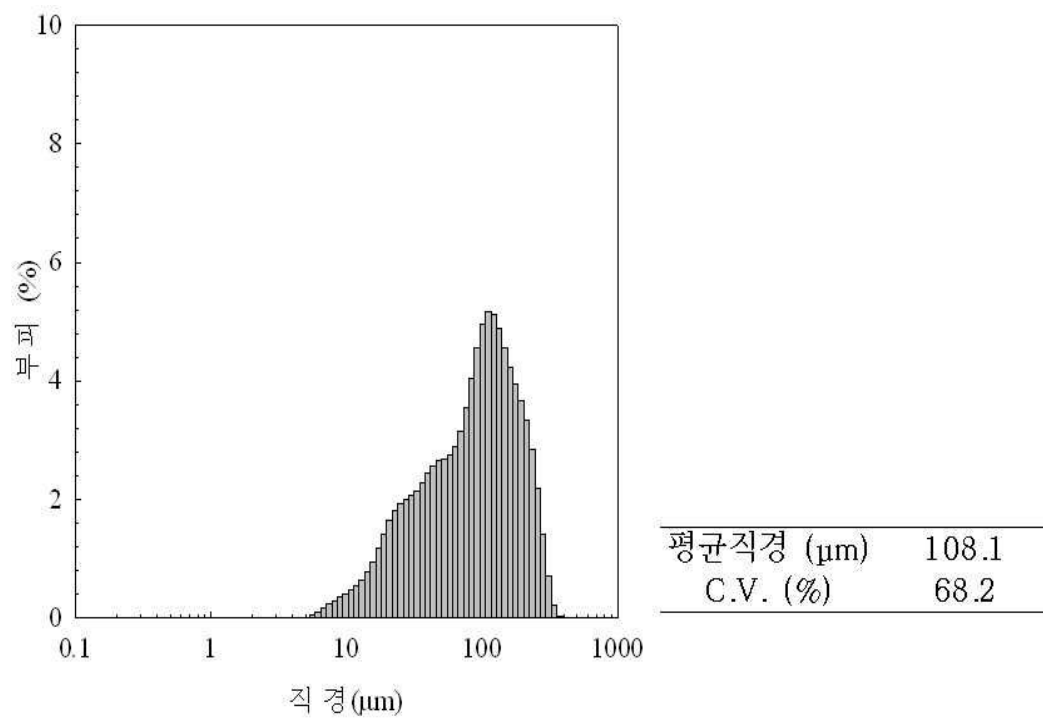
도면2a



도면2b



도면3



도면4

