



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2008년06월19일
(11) 등록번호 10-0839223
(24) 등록일자 2008년06월11일

(51) Int. Cl.

B82B 3/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2007-0009107

(22) 출원일자 2007년01월29일

심사청구일자 2007년01월29일

(56) 선행기술조사문헌

KR 10-2002-0025380

KR 10-2001-0055134

(73) 특허권자

고려대학교 산학협력단

서울 성북구 안암동5가1 고려대학교 내

(72) 발명자

이철진

서울 강남구 삼성동 삼성아그레빌아파트 103호

전경용

서울 성동구 응봉동 대림강변아파트 112동 504호

(74) 대리인

현중철

전체 청구항 수 : 총 10 항

심사관 : 이영재

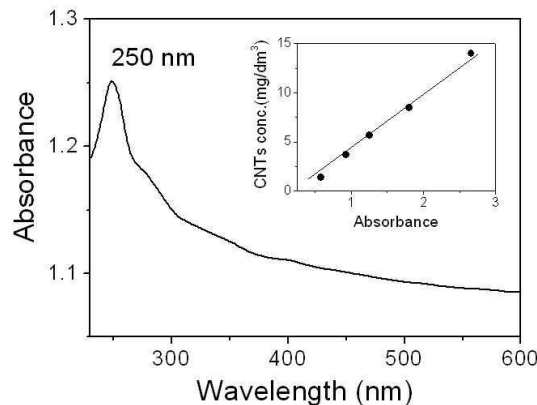
(54) 탄소나노튜브의 절단 방법 및 그로부터 제조된 탄소나노튜브

(57) 요약

본 발명은 탄소나노튜브의 절단 방법 및 그로부터 제조된 탄소나노튜브에 관한 것으로서, 더욱 구체적으로는 도핑 금속, 비극성 분자 및 쌍극자 용매를 포함하는 π -적층 복합체 용액 (π -stacking complex)을 제조하는 단계; 상기 π -적층 복합체 용액 중에 탄소나노튜브를 첨가하고 상온에서 교반함으로써 금속 도핑된 탄소나노튜브의 용액을 제조하는 단계; 상기 금속 도핑된 탄소나노튜브 용액을 세척 및 건조함으로써 금속 도핑된 탄소나노튜브 분말을 제조하는 단계; 및 상기 금속 도핑된 탄소나노튜브 분말에 대해서 질산 용액 처리를 수행하여 절단하고 증류수로 세척하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브의 절단 방법 및 그로부터 제조된 탄소나노튜브에 관한 것이다.

본 발명에 따르면, 단순한 공정에 의해서 길이가 짧고 균일하며 개방 말단을 갖는 절단된 탄소나노튜브를 대규모로 제조함으로써, 다양한 분야에의 응용성 및 적용가능성이 확대된 탄소나노튜브를 제공할 수 있다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

도핑 금속, 비극성 분자 및 쌍극자 용매를 포함하는 π -적층 복합체 용액 (π -stacking complex)을 제조하는 단계;

상기 π -적층 복합체 용액 중에 탄소나노튜브를 첨가하고 상온에서 교반함으로써 금속 도핑된 탄소나노튜브의 용액을 제조하는 단계;

상기 금속 도핑된 탄소나노튜브 용액을 세척 및 건조함으로써 금속 도핑된 탄소나노튜브 분말을 제조하는 단계; 및

상기 금속 도핑된 탄소나노튜브 분말에 대해서 질산 용액 처리를 수행하여 절단하고 증류수로 세척하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브의 절단 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 도핑 금속은 리튬, 나트륨 및 칼륨으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 알칼리 금속인 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브의 절단 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 비극성 분자는 나프탈렌, 안트라센 및 페난트렌으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 방향족 탄소 화합물인 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브의 절단 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 쌍극자 용매는 테트라하이드로퓨란, 메틸테트라하이드로퓨란, 디에톡시에탄 및 디메틸에틸에테르로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 유기 용매인 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브의 절단 방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 π -적층 복합체 용액은 상기 쌍극자 용매 100 중량부에 대해서 상기 도핑 금속 1 내지 2 중량부 및 상기 비극성 분자 3.0 내지 3.5 중량부를 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브의 절단 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 π -적층 복합체 용액 100 중량부에 대해서 상기 탄소나노튜브 0.5 내지 1 중량부를 첨가하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브의 절단 방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 교반은 300rpm 내지 500rpm의 교반 속도로, 상온의 질소 분위기 하에서 3시간 내지 1주일 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브의 절단 방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 세척 단계는 물, 알코올, 디메틸포름아미드, 클로로포름, 디클로로벤젠, 테트라하이드로퓨란 및 디메틸아세트아미드로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 세척액에 의해서 수행되는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브의 절단 방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 상기 질산 용액 중 질산의 농도는 5중량% 내지 60중량%인 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브의 절단 방법.

청구항 10

제1항에 있어서, 상기 질산 용액 처리는 상온 내지 118℃의 온도에서 2시간 내지 12시간 동안 수행되는 것을 특

정으로 하는 탄소나노튜브의 절단 방법.

청구항 11

삭제

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

- <6> 본 발명은 탄소나노튜브의 절단 방법 및 그로부터 제조된 탄소나노튜브에 관한 것으로서, 더욱 구체적으로는 탄소나노튜브 내에 소정 금속을 도핑하여 탄소나노튜브의 분산을 용이하게 한 후, 이를 다시 질산 용액 처리하여 효과적으로 탄소나노튜브를 절단함으로써 그 응용성을 높일 수 있는 탄소나노튜브의 절단 방법 및 그로부터 제조된 탄소나노튜브에 관한 것이다.
- <7> 탄소나노튜브 (Carbon nano-tube)는 1991년 NEC 부설 연구소의 이지마 스미오 박사가 풀러렌을 합성하는 과정의 부산물로서 처음 발견하였으며, 물리적으로 견고하고 화학적인 안정성도 뛰어나며 열전도도가 높고 속이 빈 중공형의 특성들을 갖는다. 이러한 탄소나노튜브는 전자파 차폐, 2차 전지, 연료 전지 또는 수퍼 커패시터와 같은 전기화학적 저장장치의 전극, 전계방출 디스플레이의 전자 방출원, 전자 증폭기 또는 가스 센서 등의 다양한 분야에 응용되고 있으며, 그 적용 분야는 날로 확대되는 추세에 있다.
- <8> 탄소나노튜브를 다양한 응용 분야에 적용하기 위해서는 번들 상태의 마이크로 스케일 또는 개별 튜브 상태의 나노 스케일로 분산시키거나 절단하는 과정이 필수적으로 필요하다.
- <9> 탄소나노튜브의 분산 방법으로는, 화학적 처리, 계면활성제의 부착, 중합화 및 탄소나노튜브/중합체 복합체 및 유기 분자들을 사용한 분산 방법 등이 알려져 있다 (Xia H, Wang Q, Qiu G. Polymer-encapsulated carbon nanotubes prepared through ultrasonically initiated in situ emulsion polymerization. Chem Mater 2003;15:3879-86; Curran SA, Ajayan PM, Blau WJ, Carroll DL, Coleman JN, Dalton AB et al. Composite from poly(*m*-phenylenevinylene-co-2,5-diethoxy-*p*-phenyleneviand) and carbon nanotubes: a novel material for molecular optoelectronics, Adv Mater 1998;10: 1091-3 등).
- <10> 일반적으로, 탄소나노튜브의 분산 방법으로는, 2가지 상이한 접근 방식이 시도되고 있으며, 물리적 방법 및 화학적 방법이 그것들이다. 그러나, 물리적 방법은 초음파 처리 또는 밀링 등의 기계적 절단 방법에 의해서 탄소나노튜브들을 서로에 대해서 분리하는 방법으로서 탄소나노튜브에 심각한 손상을 초래할 위험성이 있으며, 화학적 방법은 액상에서의 탄소나노튜브의 응집을 감소시키고 젖음성을 향상시키기 위한 것으로서 공유 및 비공유 관능화 반응을 포함하지만, 이 역시 탄소나노튜브에 손상을 초래하거나 불순물을 포함하게 될 위험성을 갖는다.
- <11> 또한, 종래의 탄소나노튜브 분산 방법 또는 절단 방법들은 탄소나노튜브의 물성을 저해하거나, 그 수거율이 낮고 (밀리그램 스케일), 절단된 탄소나노튜브의 길이가 균일하지 않으며, 폐쇄된 말단을 갖는 등의 단점이 있었다.
- <12> 따라서, 탄소나노튜브를 다양한 분야에 적용하기 위해서 길이가 짧고 균일하며, 개방 말단을 갖는 절단된 탄소나노튜브를 대규모로 제조할 필요성이 부각되고 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

- <13> 따라서, 본 발명이 이루고자 하는 첫 번째 기술적 과제는, 탄소나노튜브 내에 소정 금속을 도핑하여 탄소나노튜브의 분산을 용이하게 한 후, 이를 다시 질산 용액 처리하여 효과적으로 탄소나노튜브를 절단함으로써 그 응용성을 높일 수 있는 탄소나노튜브의 절단 방법을 제공하는 것이다.
- <14> 또한, 본 발명이 이루고자 하는 두 번째 기술적 과제는, 상기 탄소나노튜브의 절단 방법에 의해서 제조된 탄소나노튜브를 제공하는 것이다.

발명의 구성 및 작용

- <15> 본 발명은 상기 첫 번째 기술적 과제를 달성하기 위해서,
- <16> 도핑 금속, 비극성 분자 및 쌍극자 용매를 포함하는 π -적층 복합체 용액 (π -stacking complex)을 제조하는 단계;
- <17> 상기 π -적층 복합체 용액 중에 탄소나노튜브를 첨가하고 상온에서 교반함으로써 금속 도핑된 탄소나노튜브의 용액을 제조하는 단계;
- <18> 상기 금속 도핑된 탄소나노튜브 용액을 세척 및 건조함으로써 금속 도핑된 탄소나노튜브 분말을 제조하는 단계; 및
- <19> 상기 금속 도핑된 탄소나노튜브 분말에 대해서 질산 용액 처리를 수행하여 절단하고 증류수로 세척하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 탄소나노튜브의 절단 방법을 제공한다.
- <20> 본 발명의 바람직한 일 실시예에 따르면, 상기 도핑 금속은 리튬, 나트륨 및 칼륨으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 알칼리 금속일 수 있다.
- <21> 본 발명의 바람직한 다른 실시예에 따르면, 상기 비극성 분자는 나프탈렌, 안트라센 및 페난트렌으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 방향족 탄소 화합물일 수 있다.
- <22> 본 발명의 바람직한 또 다른 실시예에 따르면, 상기 쌍극자 용매는 테트라하이드로퓨란, 메틸테트라하이드로퓨란, 디에톡시에탄 및 디메틸에틸에테르로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 유기 용매일 수 있다.
- <23> 본 발명의 바람직한 또 다른 실시예에 따르면, 상기 π -적층 복합체 용액은 상기 쌍극자 용매 100 중량부에 대해서 상기 도핑 금속 1 내지 2 중량부 및 상기 비극성 분자 3.0 내지 3.5 중량부를 포함할 수 있다.
- <24> 본 발명의 바람직한 또 다른 실시예에 따르면, 상기 π -적층 복합체 용액 100 중량부에 대해서 상기 탄소나노튜브 0.5 내지 1 중량부를 첨가할 수 있다.
- <25> 본 발명의 바람직한 또 다른 실시예에 따르면, 상기 교반은 300rpm 내지 500rpm의 교반 속도로, 상온의 질소 분위기 하에서 3시간 내지 1주일 동안 수행될 수 있다.
- <26> 본 발명의 바람직한 또 다른 실시예에 따르면, 상기 세척 단계는 물, 알코올, 디메틸포름아미드, 클로로포름, 디클로로벤젠, 테트라하이드로퓨란 및 디메틸아세트아미드로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 세척액에 의해서 수행될 수 있다.
- <27> 본 발명의 바람직한 또 다른 실시예에 따르면, 상기 질산 용액 중 질산의 농도는 5중량% 내지 60중량%일 수 있다.
- <28> 본 발명의 바람직한 또 다른 실시예에 따르면, 제1항에 있어서, 상기 질산 용액 처리는 상온 내지 118℃의 온도에서 2시간 내지 12시간 동안 수행될 수 있다.
- <29> 또한, 본 발명은 상기 두 번째 기술적 과제를 달성하기 위해서,
- <30> 상기 탄소나노튜브의 절단 방법에 의해서 제조된 탄소나노튜브를 제공한다.
- <31> 본 발명에 따르면, 단순한 공정에 의해서 길이가 짧고 균일하며 개방 말단을 갖는 절단된 탄소나노튜브를 대규 모로 제조함으로써, 다양한 분야에의 응용성 및 적용가능성이 확대된 탄소나노튜브를 제공할 수 있다.
- <32> 이하, 본 발명을 더욱 상세하게 설명하기로 한다.
- <33> 본 발명에 따른 탄소나노튜브의 절단 방법은, π -적층 복합체 용액 (π -stacking complex)의 제조 단계, 금속 도핑된 탄소나노튜브의 용액의 제조 단계, 금속 도핑된 탄소나노튜브 분말의 제조 단계 및 질산 용액 처리 단계를 포함한다.
- <34> 상기 π -적층 복합체 용액은 탄소나노튜브의 분산성이 향상된 금속 도핑된 탄소나노튜브 용액을 얻은 다음, 다시 금속 도핑된 탄소나노튜브 분말을 제조하기 위한 것으로서, 도핑 금속, 비극성 분자 및 쌍극자 용매를 포함한다. 즉, 상기 π -적층 복합체는 도핑 금속-비극성 분자-쌍극자 용매로 이루어진 복합체로서, 탄소나노튜브의 금속 도핑을 수행하는 역할을 한다.
- <35> 더욱 구체적으로 설명하면, 상기 비극성 분자의 전자 친화도가 매우 높기 때문에 상기 도핑 금속으로부터 상기 비극성 분자로 전자가 인입되고, 전자를 잃은 도핑 금속은 상기 쌍극자 용매와 배위 결합을 형성하여 비극성 분

자의 음이온 라디칼들과 결합하게 된다. 이어서, 이와 같이 배위 결합을 이룬 분자들에 의해서 탄소나노튜브 네트워크 표면 상에 구멍들이 형성되며, 결과적으로 이러한 구멍들에 상기 도핑 금속들이 도핑된다.

- <36> 따라서, 상기 도핑 금속은 비극성 분자에 전자를 빼앗기기 용이한 금속으로서, 이에 제한되는 것은 아니지만, 리튬, 나트륨 및 칼륨으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 알칼리 금속인 것이 바람직하다.
- <37> 또한, 상기 비극성 분자는 상기 도핑 금속보다 전자 친화도가 높은 금속으로서, 이에 제한되는 것은 아니지만, 나프탈렌, 안트라센 및 페난트렌으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 방향족 탄소 화합물인 것이 바람직하다.
- <38> 더불어, 상기 π -적층 복합체를 형성하기에 적합한 쌍극자 용매로는, 이에 제한되는 것은 아니지만, 테트라하이드로퓨란, 메틸테트라하이드로퓨란, 디에톡시에탄 및 디메틸에틸에테르로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 유기 용매를 예로 들 수 있다.
- <39> 한편, 상기 π -적층 복합체를 형성하기 위한 상기 도핑 금속, 상기 비극성 분자 및 상기 쌍극자 용매의 상대적 함량은, 상기 쌍극자 용매 100 중량부에 대해서 상기 도핑 금속 1 내지 2 중량부 및 상기 비극성 분자 3.0 내지 3.5 중량부인 것이 바람직하다. 상기 범위를 벗어나서 도핑 금속, 비극성 분자 또는 쌍극자 용매 중 어느 하나의 성분이 과다하게 존재하는 경우에는 불필요한 침전물이 발생하여 π -적층 복합체 용액을 형성하는데 문제점이 있다. 특히 과다한 도핑 금속이 존재할 경우 후처리에 있어 공기나 물과의 접촉시 폭발의 위험이 있으므로 유의하여야 한다.
- <40> 이어서, 다음 단계로 상술한 바와 같이 π -적층 복합체 용액을 제조한 이후에는, 상기 π -적층 복합체 용액 중에 탄소나노튜브를 첨가하고 상온에서 교반함으로써 금속 도핑된 탄소나노튜브의 용액을 제조하는 단계를 수행한다.
- <41> 상기 π -적층 복합체 용액에 탄소나노튜브를 첨가할 때에는, 상기 π -적층 복합체 용액 100 중량부에 대해서 상기 탄소나노튜브 0.5 내지 1 중량부를 첨가하는 것이 바람직하데, 상기 범위 미만으로 탄소나노튜브가 첨가되는 경우에는 미반응 π -적층 복합체의 생성의 문제점이 있으며, 상기 범위를 초과하여 탄소나노튜브가 첨가되는 경우에는 π -적층 복합체와 탄소나노튜브의 반응이 충분하지 않으므로 본 발명의 효과를 충분히 달성할 수 없다는 문제점이 있어서 바람직하지 않다.
- <42> 또한, 상기 교반은 300rpm 내지 500rpm의 교반 속도로, 상온의 질소 분위기 하에서 3시간 내지 1주일 동안 수행될 수 있다.
- <43> 상술한 금속 도핑된 탄소나노튜브 용액 제조가 완료되면, 탄소나노튜브 네트워크의 표면 상에 형성된 구멍들에 도핑 금속들이 도핑된 형태의 금속 도핑 탄소나노튜브 (metal-doped carbon nanotube) 용액을 얻을 수 있게 되고, 이어서 얻어진 용액을 세척 및 건조하여 금속 도핑된 탄소나노튜브 분말을 제조하게 된다.
- <44> 상기 세척 단계는 미반응 알칼리 금속의 제거를 위한 것으로서, 이에 제한되는 것은 아니지만, 물, 알코올, 디메틸포름아미드, 클로로포름, 디클로로벤젠, 테트라하이드로퓨란 및 디메틸아세트아미드로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 세척액에 의해서 수행될 수 있으며, 더욱 바람직하게는 알코올에 의해서 수차례 수행될 수 있다.
- <45> 본 발명에서는 상술한 바와 같이 분산성이 더욱 향상된 금속 도핑된 탄소나노튜브 분말을 제조한 다음, 여기에 다시 질산 용액 처리를 가하여 최종 절단 단계를 수행하고 증류수로 세척함으로써 균일하고 짧은 길이로 절단된 탄소나노튜브를 얻을 수 있게 된다.
- <46> 본 발명에 따른 금속 도핑 및 질산 용액 처리에 의한 탄소나노튜브의 절단 방법은 기존의 분산이라는 전처리 과정 없이 이루어진 단순 질산 용액 처리와는 달리, 탄소나노튜브의 엉켜진 번들 형태를 분리 및 분산시킨 후 질산 용액 처리에 의해 효과적으로 절단하게 되므로, 탄소나노튜브의 길이 조절이 용이하며, 적절한 질산 용액 처리를 통하여 파괴도 또한 감소시킬 수 있다는 이유 때문에 종래의 단순 질산 용액 처리에 의한 탄소나노튜브의 절단 방법에 비해서 탁월한 장점을 갖게 된다.
- <47> 본 발명에 있어서, 상기 질산 용액 처리시 질산 용액 중 질산의 농도는 5중량% 내지 60중량%인 것이 바람직하데, 질산의 농도가 5중량% 미만인 경우에는 절단된 탄소나노튜브 길이 조절의 한계에 문제점이 있고, 60중량%를 초과하는 경우에는 탄소나노튜브의 표면 및 절단부분의 심각한 파괴를 초래하는 문제점이 있어서 바람직하지 않다.

- <48> 또한, 상기 질산 용액 처리는 상온 내지 118℃의 온도에서 2시간 내지 12시간 동안 수행되는 것이 바람직한데, 이는 온도가 너무 낮거나 높은 경우에는 탄소나노튜브의 효과적인 절단이 이루어지지 않거나 파괴정도가 심하다는 문제점이 있고, 반응시간이 너무 짧거나 긴 경우에는 탄소나노튜브의 절단이 이루어지지 않고 반응시간의 낭비를 초래할 수 있다는 문제점이 있어서 바람직하지 않기 때문이다.
- <49> 한편, 본 발명은 상기 두 번째 기술적 과제를 달성하기 위해서, 상술한 방법에 의해서 제조된 탄소나노튜브를 제공하며, 본 발명에 따른 탄소나노튜브는 길이가 짧고 균일하며 개방 말단을 갖는 관계로, 전자파 차폐, 2차 전지, 연료 전지 또는 슈퍼 커패시터와 같은 전기화학적 저장장치의 전극, 전계방출 디스플레이의 전자 방출원, 전자 증폭기 또는 가스 센서 등의 다양한 분야에 폭넓게 응용될 수 있다.
- <50> 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 구체적으로 설명하기로 하되, 하기 실시예는 본 발명의 이해를 돕기 위한 것일 뿐, 본 발명의 범위가 하기 실시예로 제한되는 것은 아니다.
- <51> 실시예
- <52> 탄소나노튜브의 제조
- <53> Ar/H₂ 분위기 하의 900℃에서 Fe/MgO 촉매를 이용하여 C₂H₄의 촉매 반응을 진행함으로써 99% 순도의 고순도 다중벽 탄소나노튜브를 제조하였다. 구체적으로는, Fe(NO₃)₃·9H₂O (99%, Aldrich)를 증류수 중에 용해시킨 다음, 상기 Fe 용액을 MgO 분말 및 증류수의 용액 중에 첨가하고, 1시간 동안 교반함으로써, Fe 금속 촉매가 MgO 분말 상에 임베딩 (embedding)되게 하였다. 이어서, 상기 재료를 소성 및 분쇄한 다음, ~50mg의 촉매를 석영 보트에 실어서 석영 튜브 (i.d.:20mm, 길이: 500mm)의 중앙에 장입하였다. Ar:H₂/C₂H₄의 혼합 기체를 1300sccm (Ar:H₂/C₂H₄, 500:500/300)의 흐름 속도 및 900℃의 온도로 상기 석영 튜브 내로 도입한 다음, Ar:H₂ 분위기 하에서 상기 석영 튜브의 온도가 실온으로 냉각될 때까지 상기 흐름 속도를 유지하였다. 제조된 다중벽 탄소나노튜브의 평균 직경은 20nm였으며, 그래펜 (graphene) 층의 갯수는 약 15개였다.
- <54> π-적층 복합체 용액 (π-stacking complex)의 제조
- <55> 탄소나노튜브 100 중량부에 대해서 200 중량부의 칼륨, 0.2 mol/dm³의 페난트렌 (99중량%) 및 20ml의 1,2-DME (99.5중량%)를 포함하는 π-적층 복합체 용액을 제조하였으며, 용액의 제조에 사용된 시약들은 모두 Aldrich사로부터 구입하였다.
- <56> 금속 도핑된 탄소나노튜브의 제조
- <57> 상기 π-적층 복합체 용액에 상기에서 제조된 다중벽 탄소나노튜브 50mg을 첨가하고, 자석 교반기를 이용하여 실온에서 400rpm으로 48시간 동안 교반하였다. 결과물인 금속 도핑된 탄소나노튜브 용액을 에탄올 및 물로 수회 세척한 다음 건조시켰다.
- <58> 얻어진 금속 도핑된 탄소나노튜브 분말의 분산성을 분석하기 위해서, 에탄올을 분산매로 하고, UV-visible 스펙트로스코피 (Shimadzu, UV-3101), 주사 전자 현미경 (SEM) (Hitachi S-4700), 고해상도 투과 전자 현미경 (HRTEM) (JEOL, JEM-3011, 300kV) 및 라만 스펙트로미터 (Ranishaw RM 1000, 514nm, Ar 레이저 여기)를 사용하여 분석하였다.
- <59> 도 1 및 도 2에는 에탄올 중에 분산된 본 발명에 따른 금속 도핑된 탄소나노튜브에 대한 UV 흡수 스펙트럼 및 SEM 이미지를 도시하였다. 더욱 구체적으로, 도 1에는 5.7mg/dm³의 농도로 에탄올 중에 분산된 금속 도핑된 탄소나노튜브의 UV 흡수 스펙트럼을 도시하였으며, 도 1을 참조하면 에탄올 중에 잘 분산된 탄소나노튜브로 인해서 250nm에서 넓은 흡수 피크가 관찰되는 사실을 알 수 있고, 또한 도 1의 내부 상자에 도시된 그래프를 참조하면, 탄소나노튜브의 농도가 1~14mg/dm³까지는 이러한 흡수도는 농도에 비례하여 증가하는 사실을 알 수 있다. 또한, 도 2를 참조하면, 금속 도핑된 탄소나노튜브들이 적층 구조를 형성하고 있는 것을 알 수 있다.
- <60> 도 3a 및 3b에는 종래 통상적인 탄소나노튜브 (3a) 및 본 발명에 따른 금속 도핑된 탄소나노튜브 (3b)에 대한 TEM 이미지들을 도시하였다. 도 3a를 참조하면 종래 통상적인 탄소나노튜브의 경우에는 분산성이 매우 떨어져서 매우 응집된 상태로 탄소나노튜브들이 존재하지만, 이에 반해서 본 발명에 따른 탄소나노튜브 (3b)는 분산성이 매우 우수함을 알 수 있다.
- <61> 마지막으로, 도 4a 및 4b에는 합성된 상태 그대로의 탄소나노튜브에 대한 라만 스펙트럼 및 금속 도핑된 탄소나

노튜브에 대한 라만 스펙트럼을 도시하였다. 일반적으로, 알칼리 금속과 반응한 탄소나노튜브들은 G 밴드 및 D 밴드가 매우 큰 폭으로 이동되는 것으로 알려져 있지만, 본 발명에 따른 금속 도핑된 탄소나노튜브에 대한 라만 스펙트럼은 합성된 상태 그대로의 탄소나노튜브와 매우 유사한 G 및 D 밴드를 나타내며, 이러한 사실로부터 본 발명에서의 금속 도핑에 따라서 탄소나노튜브 자체의 표면 결함 또는 변형은 발생되지 않았다는 것을 알 수 있다.

<62> 질산 용액 처리

<63> 질산 용액 처리는 250ml 부피의 하나의 가치를 갖는 둥근 플라스크 내에 질산 (60중량%) 용액을 약 100ml 부은 후, 상기 제조한 금속 도핑된 탄소나노튜브를 100mg을 넣어 수행하였다.

<64> 상기 질산 용액 처리는 2가지 온도에서 각각 수행하여 2가지 샘플을 얻었으며, 그 중 하나의 샘플은 상온에서 반응시키고, 또 다른 하나의 샘플은 둥근 플라스크의 가치와 환류관을 연결한 후 기름 중탕 안에서 약 118℃까지 상승시킨 후 반응시켰다. 각각의 샘플에 대한 반응은 약 12시간 동안 수행하였으며, 반응이 끝난 후, 반응물을 증류수에 여러 번 희석시킨 후, 필터를 통하여 수차례 여과하였다. 이어서, 질산의 반응 잔여물이 남지 않도록 충분히 세척한 후 최종적으로 절단된 탄소나노튜브를 얻었다.

<65> 도 5a는 상온에서 절단시킨 탄소나노튜브의 TEM 사진이며, 효과적으로 절단된 것을 확인할 수 있다. 한편, 도 5b는 118℃에서 절단된 탄소나노튜브의 TEM 사진이며, 상온에서 절단시킨 샘플보다 탄소나노튜브의 길이가 더 짧은 것을 알 수 있고, 이로부터 온도에 따라 탄소나노튜브의 길이를 조절할 수 있다는 사실을 확인할 수 있다.

발명의 효과

<66> 본 발명에 따르면, 단순한 공정에 의해서 길이가 짧고 균일하며 개방 말단을 갖는 절단된 탄소나노튜브를 대규 모로 제조함으로써, 다양한 분야에의 응용성 및 적용가능성이 확대된 탄소나노튜브를 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

<1> 도 1은 에탄올 중에 분산된 본 발명에 따른 금속 도핑된 탄소나노튜브에 대한 UV 흡수 스펙트럼을 도시한 그래프이다.

<2> 도 2는 에탄올 중에 분산된 본 발명에 따른 금속 도핑된 탄소나노튜브에 대한 SEM 이미지를 도시한 사진이다.

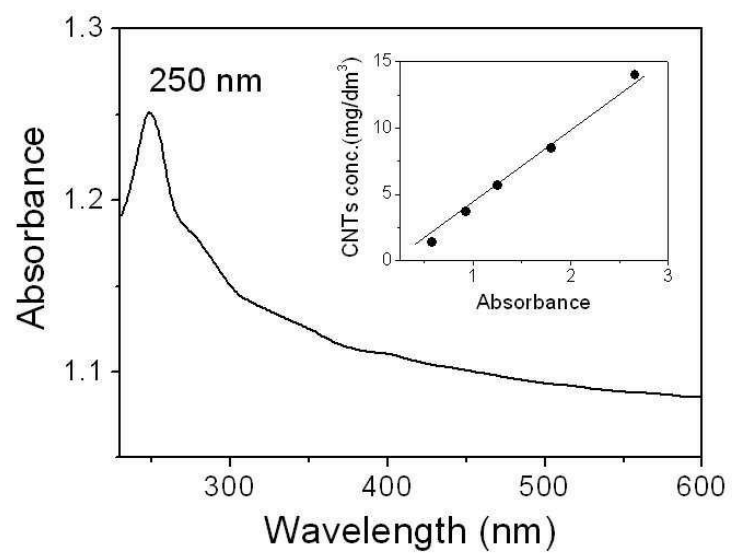
<3> 도 3a 및 3b는 종래 통상적인 탄소나노튜브 (3a) 및 본 발명에 따른 금속 도핑된 탄소나노튜브 (3b)에 대한 TEM 이미지들을 도시한 사진이다.

<4> 도 4a 및 4b는 합성된 상태 그대로의 탄소나노튜브에 대한 라만 스펙트럼 및 본 발명에 따라서 금속 도핑된 탄소나노튜브에 대한 라만 스펙트럼을 도시한 그래프이다.

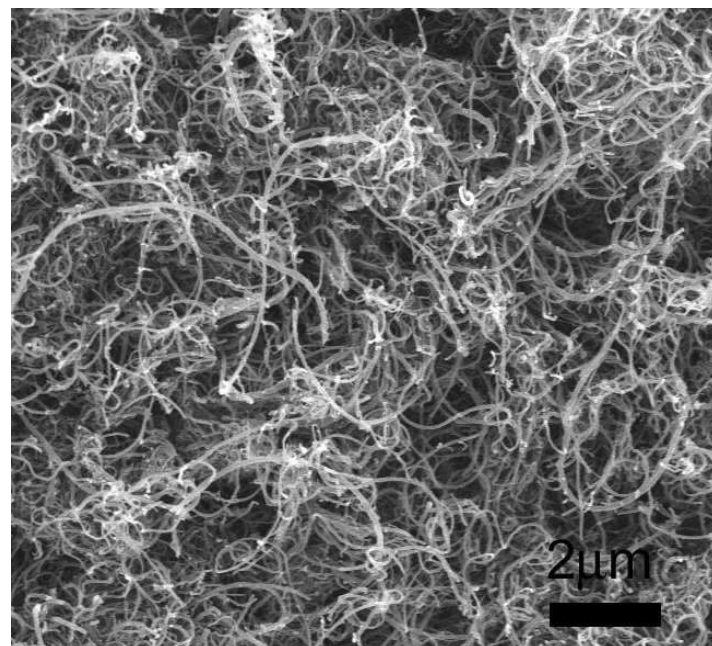
<5> 도 5a 및 5b는 금속 도핑 후 상온에서 질산 용액 처리한 탄소나노튜브의 TEM 사진 (5a) 및 118℃에서 질산 용액 처리한 탄소나노튜브의 TEM 사진 (5b)을 도시한 것이다.

도면

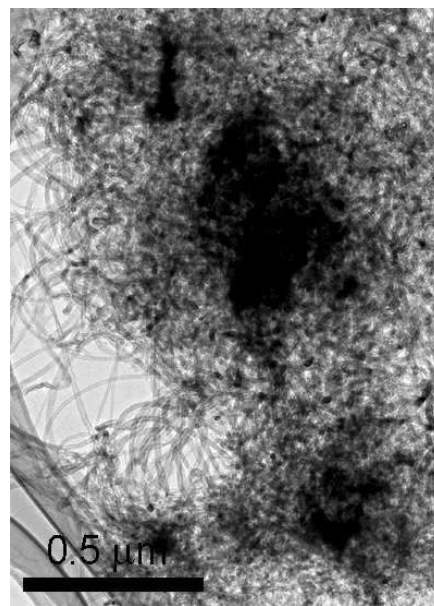
도면1



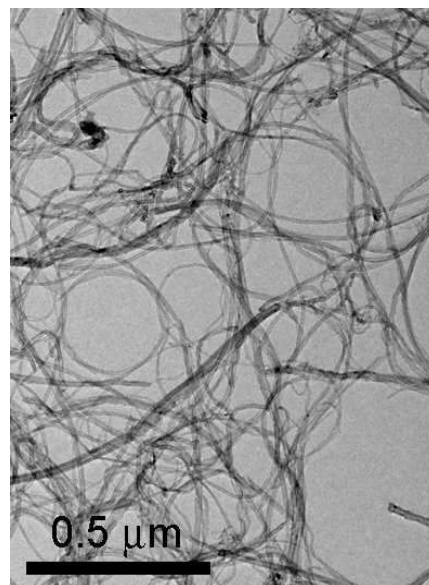
도면2



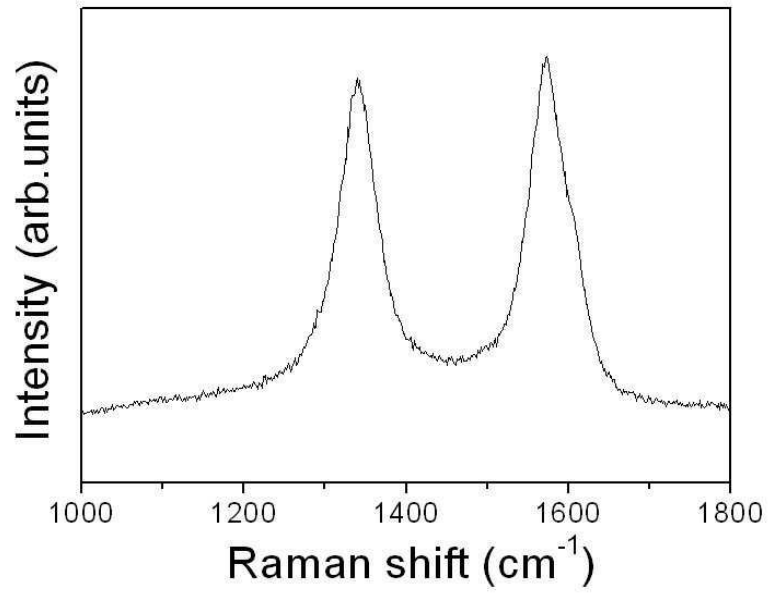
도면3a



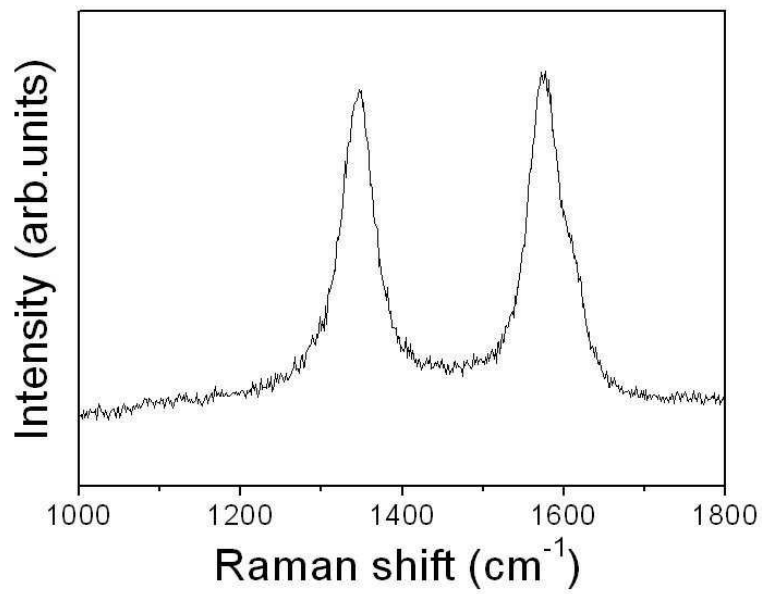
도면3b



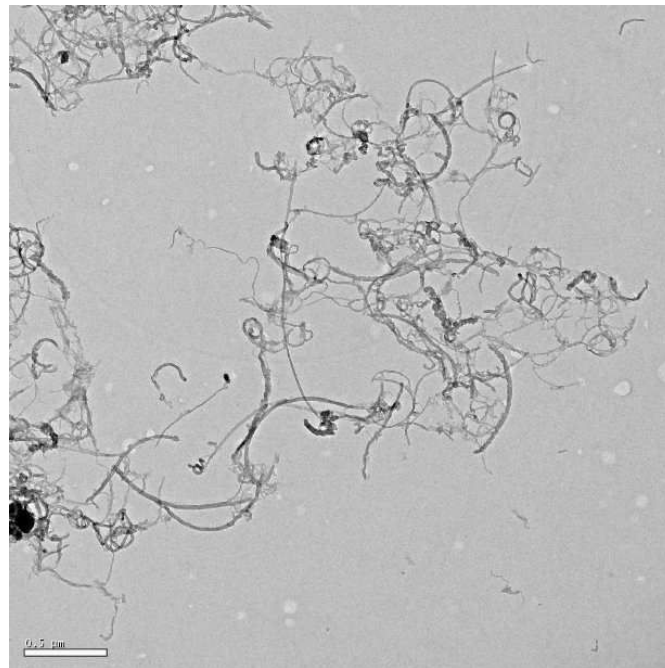
도면4a



도면4b



도면5a



도면5b

