

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2018년 4월 26일 (26.04.2018)

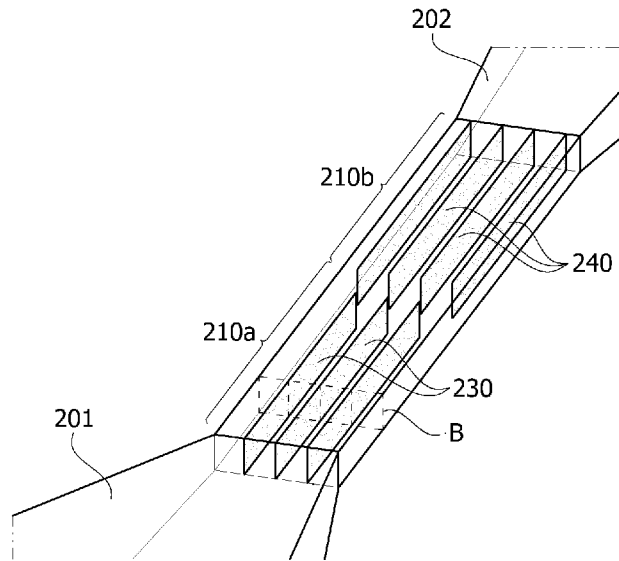


(10) 국제공개번호
WO 2018/074779 A2

- (51) 국제특허분류: *B01F 5/06* (2006.01) *B01F 15/02* (2006.01)
C01B 32/184 (2017.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2017/011278
- (22) 국제출원일: 2017년 10월 13일 (13.10.2017)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보: 10-2016-0134895 2016년 10월 18일 (18.10.2016) KR
- (71) 출원인: 주식회사 엘지화학 (LG CHEM, LTD.) [KR/KR]; 07336 서울시 영등포구 여의대로 128, Seoul (KR).
- (72) 발명자: 김은정 (KIM, Eun Jeong); 34122 대전시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원, Daejeon (KR). 유광현 (YOO, Kwang Hyun); 34122 대전시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원, Daejeon (KR). 임예훈 (IM, Ye Hoon); 34122 대전시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원, Daejeon (KR). 김인영 (KIM, In Young); 34122 대전시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원, Daejeon (KR). 권원중 (KWON, Won Jong); 34122 대전시 유성구 문지로 188 LG화학 기술연구원, Daejeon (KR).
- (74) 대리인: 특허법인 다나 (DANA PATENT LAW FIRM); 06242 서울시 강남구 역삼로 3길 11 광성빌딩 신관 5층, Seoul (KR).
- (81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA,

(54) Title: HIGH-PRESSURE HOMOGENIZER AND METHOD FOR MANUFACTURING GRAPHENE BY USING SAME

(54) 발명의 명칭: 고압 균질화 장치 및 이를 이용한 그래핀의 제조방법



(57) Abstract: The present invention relates to a high-pressure homogenizer and a method for manufacturing a graphene by using the same. Provided according to an aspect of the present invention is a high-pressure homogenizer comprising: a channel module including a microchannel through which an object to be homogenized passes; a first flow path and a second flow path sequentially arranged on the microchannel according to directions in which the object passes through the microchannel; a plurality of first baffles arranged in the first flow path to partition the microchannel into a plurality of spaces; and a plurality of second baffles arranged in the second flow path to partition the microchannel into a plurality of spaces, at least one of the first baffles being positioned between two adjacent second baffles.

(57) 요약서: 본 발명은 고압 균질화 장치 및 이를 이용한 그래핀의 제조방법에 관한 것으로, 본 발명의 일 측면에 따르면, 균질화를 위한 대상물이 통과하는 마이크로 채널을 포함하는 채널 모듈을 포함하며, 마이크로 채널에는 대상물이 통과하는 방향을 따라 제1 유로 및 제2 유로가 차례로 마련되고, 제1 유로에는 마이크로 채널을 복수 개의 공간으로 구획하도록 배치된 복수 개의 제1 배플이 마련되며, 제2 유로에는 마이크로 채널을 복수 개의 공간으로 구획하도록 배치된 복수 개의 제2 배플이 마련되고, 적어도 하나의 제1 배플은 인접하는 2개의 제2 배플 사이에 위치하도록 마련된 고압 균질화 장치가 제공된다.

WO 2018/074779 A2

PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

공개:

- 국제조사보고서 없이 공개하며 보고서 접수 후 이를 별도로 공개함 (규칙 48.2(g))

명세서

발명의 명칭: 고압 균질화 장치 및 이를 이용한 그래핀의 제조방법 기술분야

- [1] 본 발명은 고압 균질화 장치 및 이를 이용한 그래핀의 제조방법에 관한 것이다.
[2] 본 출원은 2016년 10월 18일자 한국 특허 출원 제10-2016-0134895에 기초한 우선권의 이익을 주장하며, 해당 한국 특허 출원의 문헌에 개시된 모든 내용은 본 명세서의 일부로서 포함된다.

배경기술

- [3] 그래핀은 탄소 원자들이 2차원 상에서 sp^2 결합에 의한 6각형 모양으로 연결된 배열을 이루면서 탄소 원자층에 대응하는 두께를 갖는 반 금속성 물질이다. 최근, 한 층의 탄소 원자층을 갖는 그래핀 시트는 매우 우수한 전기 전도도를 갖는 것으로 보고된 바 있다.
- [4] 그래핀의 뛰어난 특성으로 인해, 그라파이트 등 탄소계 소재로부터 그래핀을 보다 효과적으로 양산할 수 있는 다양한 방법이 제안 또는 연구되고 있다. 특히, 보다 얇은 두께 및 대면적을 갖는 그래핀 시트 또는 플레이크(flake)를 용이하게 제조할 수 있는 방법에 관한 연구가 다양하게 이루어지고 있다.
- [5] 도 1은 그라파이트(G)를 통해 그래핀 플레이크(GF)(또는 그래핀)을 제조하는 과정을 설명하기 위한 개념도이다.
- [6] 그래핀의 제조방법으로 사용되는 고압 균질화 장치(HPH: High Pressure Homogenizer)는 마이크로미터 스케일의 직경을 갖는 미세 유로에 고압을 가함으로써, 통과하는 물질에 강한 전단력(shear force)을 가하는 장치이다. 특히, 고압 균질화 장치를 이용하여 그라파이트를 박리할 경우, 그래핀 제조 수율을 높일 수 있다는 장점이 있다.
- [7] 구체적으로, 고압 균질화 장치를 이용하는 경우, 초고압으로 추진된 그라파이트 분산액이 마이크로 채널을 통과하는 동안 그라파이트에 인가되는 전단 응력으로 그라파이트가 박리됨에 따라 그래핀이 제조되고 있다. 이때, 그라파이트는 대략 수백 nm의 두께를 갖고, 그래핀은 대략 2 내지 30 nm의 두께를 갖는다.
- [8] 한편, 그래핀의 박리를 위해서는 층간 결합력을 깰 수 있는 수준의 전단 응력이 생성되도록 마이크로 채널 내에 적절한 유동장을 형성시키는 것이 중요하다. 고압 균질화 장치를 이용한 그래핀 박리 공정에서, 마이크로 채널 내부의 벽면 근처에는 벽면 점착 조건에 의해 속도구배가 커져 큰 전단 응력이 발생한다. 그러나 중심부에서는 속도 구배가 작아 전단응력이 작게 나타나므로, 박리에 필요한 임계 전단응력보다 낮아져 박리가 이루어지지 않는 문제가 있다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [9] 본 발명은 마이크로 채널 내에 박리 유효 영역을 증가시킬 수 있는 고압 균질화 장치 및 이를 이용한 그래핀의 제조방법을 제공하는 것을 해결하고자 하는 과제로 한다.
- [10] 또한, 본 발명은 마이크로 채널을 통과하는 그래핀 입자들이 받는 전단응력의 크기를 균일하게 할 수 있는 고압 균질화 장치 및 이를 이용한 그래핀의 제조방법을 제공하는 것을 해결하고자 하는 과제로 한다.

과제 해결 수단

- [11] 상기한 과제를 해결하기 위하여, 본 발명의 일 측면에 따르면, 균질화를 위한 대상물이 통과하는 마이크로 채널을 포함하는 채널 모듈을 포함하는 고압 균질화 장치가 제공된다.
- [12] 여기서 마이크로 채널에는 대상물이 통과하는 방향을 따라 제1 유로 및 제2 유로가 차례로 마련된다.
- [13] 또한, 제1 유로에는 마이크로 채널을 복수 개의 공간으로 구획하도록 배치된 복수 개의 제1 배플이 마련된다.
- [14] 또한, 제2 유로에는 마이크로 채널을 복수 개의 공간으로 구획하도록 배치된 복수 개의 제2 배플이 마련된다.
- [15] 또한, 적어도 하나의 제1 배플은 인접하는 2개의 제2 배플 사이에 위치하도록 마련된다.
- [16] 또한, 본 발명의 또 다른 측면에 따르면, 균질화를 위한 대상물이 통과하는 마이크로 채널을 포함하는 채널 모듈을 포함하며, 마이크로 채널에는 대상물이 통과하는 방향을 따라 제1 유로 내지 제N($N > 2$, N은 자연수) 유로가 차례로 마련되고, 채널 모듈은, 마이크로 채널로 대상물을 공급하는 유입 유로와 마이크로 채널을 통과한 대상물이 유입되는 유출 유로를 포함하며, 제1 유로에는 폭 방향 또는 높이 방향을 따라 복수 개의 공간으로 구획하도록 배열된 복수 개의 제1 배플이 마련되고, 차례로 제N 유로에는 폭 방향 또는 높이 방향을 따라 복수 개의 공간으로 구획하도록 배열된 복수 개의 제N 배플을 포함하고, 마이크로 채널의 N개의 영역 중 인접하는 2개의 영역에서, 각각의 영역에 마련된 배플들은 마이크로 채널의 유동 단면을 기준으로 영역 별로 엇갈려 배열된 고압 균질화 장치가 제공된다.
- [17] 또한, 본 발명의 또 다른 측면에 따르면, 고압 균질화 장치를 사용한 그래핀 제조 방법에 있어서, 그라파이트를 포함하는 용액을 채널 모듈에 공급하는 단계 및 채널 모듈에 100 내지 3000 bar의 압력을 가하여 그라파이트를 포함하는 용액을 통과시키는 단계를 포함하는 그래핀 제조방법이 제공된다.

발명의 효과

- [18] 이상에서 살펴본 바와 같이, 본 발명의 적어도 일 실시예와 관련된 고압 균질화 장치 및 이를 이용한 그래핀의 제조방법은 다음과 같은 효과를 갖는다.
- [19] 본 발명에 따르면, 고압 균질화 장치를 이용하여, 그라파이트로부터 그래핀

단일층을 박리하는 공정에서, 마이크로 채널 내 박리 유효 영역을 증가시켜 생산성을 향상시킬 수 있다.

[20] 구체적으로, 그래핀 박리에 필요한 임계전단응력(예를 들어, 10^5 1/s) 이상의 전단 응력(shear rate) 가해지는 영역을 증가시키기 위하여, 마이크로 채널 내에 하나 이상의 배플(baffle)을 배치시킨다. 상기 배플에 의하여, 마이크로 채널 내부를 구획함으로써, 벽 면적을 증가시키고, 전단응력이 크게 나타나는 박리 유효 영역을 증가시킬 수 있다.

[21] 또한, 마이크로 채널의 제1 유로에는 복수 개의 제1 배플을 폭 방향 또는 높이 방향을 따라 소정 간격으로 배열함으로써 박리 유효 영역을 증가시키고, 마이크로 채널의 제2 유로에는 복수 개의 제2 배플을 폭 방향 또는 높이 방향을 따라 소정 간격으로 배열함으로써 박리 유효 영역을 증가시키며, 복수 개의 제1 배플과 복수 개의 제2 배플을 엇갈리게 배열시킴으로써, 마이크로 채널을 통과하는 그래핀 입자들이 받는 전단응력의 크기를 균일하게 유지시킬 수 있다.

도면의 간단한 설명

[22] 도 1은 그라파이트를 통해 그래핀 플레이크를 제조하는 과정을 설명하기 위한 개념도이다.

[23] 도 2는 본 발명과 관련된 고압 균질화 장치를 나타내는 개념도이다.

[24] 도 3내지 도 5는 본 발명의 일 실시예와 관련된 고압 균질화 장치의 채널 모듈을 나타내는 사시도들이다.

[25] 도 6은 비교예와 관련된 고압 균질화 장치를 나타내는 사시도이다.

[26] 도 7은 도 6에 도시된 고압 균질화 장치를 이용한 시뮬레이션 결과를 나타낸다.

[27] 도 8은 도 5에 각각 도시된 고압 균질화 장치를 이용한 시뮬레이션 결과를 나타낸다.

[28] 도 9는 본 발명의 효과를 설명하기 위한 그래프이다.

발명의 실시를 위한 형태

[29] 이하, 본 발명의 일 실시예에 따른 고압 균질화 장치 및 이를 이용한 그래핀의 제조방법을 첨부된 도면을 참고하여 상세히 설명한다.

[30] 또한, 도면 부호에 관계없이 동일하거나 대응되는 구성요소는 동일 또는 유사한 참조번호를 부여하고 이에 대한 중복 설명은 생략하기로 하며, 설명의 편의를 위하여 도시된 각 구성 부재의 크기 및 형상은 과장되거나 축소될 수 있다.

[31] 도 2는 본 발명의 일 실시예와 관련된 고압 균질화 장치(100)를 나타내는 개념도이고, 도 3내지 도 5는 본 발명의 일 실시예와 관련된 고압 균질화 장치의 채널 모듈(200)를 나타내는 사시도들이다.

[32] 도 2를 참조하면, 고압 균질화 장치(100)는 마이크로 미터 스케일의 직경을 갖는 마이크로 채널(210)에 고압을 가하여, 이를 통과하는 물질(그라파이트 분산액)에 강한 전단력(shear force)을 가하는 장치를 의미한다. 상기 전단 응력에

의해 마이크로 채널(210)을 통과하는 물질에 파쇄 및 분산이 진행되고, 고분산된 물질을 제조하는데 사용된다.

- [33] 한편, 고압 균질화 장치(100)는 강한 전단응력을 통해 물질의 파쇄 및 분쇄를 위하여 설계 및 제조되기 때문에, 일반적으로 길이가 매우 짧은 마이크로 채널을 사용한다. 그러나, 고압 균질화 장치(100)의 사용 목적에 따라 길이가 짧은 마이크로 채널이 단점으로 작용할 수 있다.
- [34] 특히, 본 발명과 같이, 고압 균질화 장치(100)로 그래파이트(G)를 박리하여 그래핀을 제조하는 경우, 길이가 짧은 마이크로 채널을 사용할 경우, 얇고 균일한 그래핀을 제조하기 위해서 마이크로 채널 통과 횟수를 증가시켜야 하므로 생산성이 낮아지는 문제가 있다. 그 외에도, 마이크로 채널의 길이가 짧으면 마이크로 채널을 통과하는 유체의 속도가 높게 되고, 유체가 유출부(103)의 벽면과 충돌하는 에너지가 높아지게 된다. 이러한 충돌로 인해, 그래핀 자체가 분쇄되어 제조되는 그래핀의 크기가 작아지는 문제가 있다. 따라서, 본 발명에서는, 그래파이트 박리에 요구되는 전단 응력이 적용하는 범위 내에서, 그래핀 자체가 분쇄되지 않고, 또한, 마이크로 채널의 통과 횟수를 감소시킬 수 있는 고압 균질화 장치를 제공한다.
- [35] 도 2를 참조하면, 고압 균질화 장치(100)는 균질화를 위한 대상물이 통과하는 마이크로 채널을 포함하는 채널 모듈(200)을 포함한다. 상기 대상물은 전술한 그래파이트(G)이다. 상기 고압 균질화 장치(100)는 상기 대상물이 채널 모듈(200) 측으로 공급되는 유입부(101)와, 채널 모듈(200)을 통과한 대상물이 유출되는 유출부(103)를 포함한다. 도 2에서, 도면부호 10은 그래파이트(G) 분산액이 수용된 용기를 나타내고, 도면부호 20은 유출부(103)로부터 회수된 그래핀(GF)이 수용되는 용기를 나타낸다. 또한, 상기 고압 균질화 장치(100)는 대상물이 채널 모듈(200)을 통과하도록 가압하기 위한 압력을 발생시키는 펌프를 포함한다. 상기 펌프에 의해 발생된 압력으로 대상물이 마이크로 채널(210)을 통과하면서 균질화가 이루어진다.
- [36] 한편, 상기 채널 모듈(200)은 마이크로 채널(210)로 대상물을 공급하는 유입 유로(201)와 마이크로 채널(210)을 통과한 대상물이 유출되는 유출 유로(202)를 포함한다. 이때, 유입 유로(201)는 대상물의 이동 방향을 따라 적어도 일부에서 유동 면적이 작아지도록 마련되고, 유출 유로(202)는 대상물의 이동 방향을 따라 적어도 일부에서 유동 면적이 증가하도록 마련된다. 또한, 마이크로 채널(210)은 대상물의 이동 방향을 따라 유동 면적(단면적)이 일정하게 마련될 수 있다.
- [37] 본 발명에서 대상물은 그래파이트(G)로서, 상기 마이크로 채널(210) 내에서 강한 전단 응력(shear rate)에 의하여 박리가 일어나 그래핀(GF)이 제조된다. 이때, 그래파이트 박리에 요구되는 전단력이 적용되면서, 동시에 전단력을 받는 구간이 길어지는 한편, 마이크로 채널(210)을 통과한 유체가 유출부(103)의 벽면에 충돌하는 에너지를 줄여 그래핀(GF) 자체가 분쇄되지 않도록, 상기 마이크로 채널의 길이는 2mm 내지 1000mm인 것이 바람직하다. 보다

바람직하게, 상기 마이크로 채널의 길이는 2mm 내지 60mm일 수 있다.

- [38] 유동장 시뮬레이션을 통해, 고압 균질화 장치(100) 내부 유동을 분석한 결과, 고압 균질화 장치 내부에서 나타내는 에너지 소모는, 마이크로 채널 입구(부차적 손실), 마이크로 채널 내부(직관 손실), 마이크로 채널 출구(부차적 손실)에서의 에너지 손실로 구분됨을 확인하였다. 구체적으로, 마이크로 채널 입구(제1 유로 측) 및 마이크로 채널 출구(제2 유로 측)에서 유동 면적(유로 단면적)이 변하면서 에너지 소모가 크고, 마이크로 채널 내부에서의 에너지 소모는 전체 에너지 소모의 약 5% 이내인 것으로 확인되었다. 이를 근거로, 마이크로 채널(210)의 길이를 증가시켜도, 그에 따른 에너지 소모 및 유속의 감소가 미미하고, 마이크로 채널(210)의 전체 길이에 걸쳐 그래핀 박리에 요구되는 전단 응력이 적용되는 것을 확인하였다.
- [39] 또한, 마이크로 채널(210)의 길이가 30mm 이상이 경우는, 마이크로 채널(210)의 길이가 2mm인 고압 균질화 장치에서 그래핀 박리 공정을 15회 반복 수행한 경우와 동일한 효과가 있음을 확인하였다. 따라서, 마이크로 채널(210)의 길이를 증가시킴으로써 마이크로 채널 통과 횟수를 감소시킬 수 있으므로, 생산성을 높일 수 있다.
- [40] 마이크로 채널(210)은 균질화 대상물의 이동 방향에 수직하는 단면(A)(유로 단면)이 직사각형 형상일 수 있다. 또한, 상기 마이크로 채널(210)의 단면은 폭(w)이 높이(h)보다 큰 직사각형 형상일 수 있다. 또한, 상기 마이크로 채널(210)은 폭과 높이의 비율이 2:1 이상인 것이 바람직하고, 특히, 상기 마이크로 채널(210)은 폭과 높이의 비율이 2:1 내지 10:1이 되도록 형성될 수 있다. 또한, 직사각형의 폭 및 너비는 각각 $10\mu\text{m}$ 내지 $50000\mu\text{m}$ 일 수 있다. 종래 고압 균질화 장치에서 마이크로 채널의 단면은 원형이지만, 본 발명에서는 원형에 비하여 표면적이 큰 직사각형 형태를 사용함으로써, 유로 단면적을 높일 수 있다. 또한, 마이크로 채널의 단면적은 $1.0 \times 10^2\mu\text{m}^2$ 내지 $1.0 \times 10^8\mu\text{m}^2$ 일 수 있다.
- [41] 또한, 고압 균질화 장치(100)를 사용한 그래핀 제조 방법에 있어서, 그래핀 제조방법은, 그래파이트(G)를 포함하는 용액을 채널 모듈(200)에 공급하는 단계 및 채널 모듈(200)에 압력을 가하여 그래파이트(G)를 포함하는 용액을 통과시키는 단계를 포함한다. 상기 압력은 100 내지 3000 bar일 수 있다. 또한, 상기 유출부(103)로 그래핀(GF) 분산액을 회수한 다음, 이를 다시 유입부(101)에 재투입할 수 있다. 상기 재투입 과정은 2회 내지 30회 반복하여 수행할 수 있다. 상기 재투입 과정은 단일의 고압 균질화 장치를 반복하여 사용하거나, 복수 개의 고압 균질화 장치를 사용하여 차례로 수행할 수도 있다.
- [42] 또한, 상기 그래핀 제조방법은 회수한 그래핀(GF) 분산액으로부터 그래핀을 회수 및 건조하는 단계를 포함할 수 있다. 상기 회수 단계는 원심 분리, 감압 여과 또는 가압 여과로 진행될 수 있다. 상기 건조 단계는 약 30 내지 200°C 의 온도 하에 진공 건조 또는 일반 건조하여 수행할 수 있다. 또한, 본 발명에 따라

제조되는 그래핀은 크기가 크고 균일하여, 그래핀 고유의 특성 발현에 유리한 장점을 갖는다.

- [43] 도 5를 참조하면, 본 실시예에서, 고압 균질화 장치(100)는 균질화를 위한 대상물이 통과하는 마이크로 채널(210)을 포함하는 채널 모듈(200)을 포함한다. 마이크로 채널(210)에는 대상물이 통과하는 방향을 따라 제1 유로(210a) 및 제2 유로(210b)가 차례로 마련된다. 이때, 마이크로 채널은 대상물의 이동 방향을 따라 유동 면적(단면적)이 일정하게 유지될 수 있고, 제1 유로(210a)와 제2 유로(210b)의 유동 단면적은 대상물의 이동방향을 따라 일정하게 유지될 수 있다.
- [44] 또한, 제1 유로(210a)는, 대상물의 유출방향을 따라, 채널 모듈(200)의 전단부에 해당하는 전단 유로일 수 있고, 제2 유로(210b)는 채널 모듈(200)의 후단부에 해당하는 전단 유로일 수 있다. 또한, 제1 유로(210a)는, 대상물의 유출방향을 따라, 채널 모듈(200)의 전단부에 상대적으로 제2 유로(210b)보다 근접한 유로일 수 있고, 제2 유로(210b)는 채널 모듈(200)의 후단부에 상대적으로 제1 유로(210a)보다 근접한 유로일 수 있다. 또한, 제1 유로(210a)와 제2 유로(210b)는 인접하여 연속적으로 위치한 2개의 영역을 지칭할 수도 있고, 제1 유로(210a)와 제2 유로(210b)는 소정 간격으로 떨어져 위치한 2개의 영역을 지칭할 수도 있다.
- [45] 제1 유로(210a)에는 마이크로 채널(210)을 복수 개의 공간으로 구획하도록 배치된 복수 개의 제1 배플(230)이 마련된다. 또한, 제2 유로(210b)에는 마이크로 채널(210)을 복수 개의 공간으로 구획하도록 배치된 복수 개의 제2 배플(240)이 마련된다.
- [46] 이때, 복수 개의 제1 배플(230)들은 마이크로 채널의 폭 방향 또는 높이방향을 따라 따라 배열될 수 있다. 마찬가지로, 복수 개의 제2 배플(240)들은 마이크로 채널의 폭 방향 또는 높이 방향을 따라 배열될 수 있다.
- [47] 예를 들어, 복수 개의 제1 배플(230)들은 마이크로 채널의 폭 방향을 따라 배열될 때, 복수 개의 제2 배플(240)들은 마이크로 채널의 폭 방향을 따라 배열될 수 있다. 이와는 다르게, 복수 개의 제1 배플(230)들은 마이크로 채널의 폭 방향을 따라 배열될 때, 복수 개의 제2 배플(240)들은 마이크로 채널의 높이 방향을 따라 배열될 수 있다. 이와는 다르게, 복수 개의 제1 배플(230)들은 마이크로 채널의 높이 방향을 따라 배열될 때, 복수 개의 제2 배플(240)들은 마이크로 채널의 높이 방향을 따라 배열될 수 있다. 이와는 다르게, 복수 개의 제1 배플(230)들은 마이크로 채널의 높이 방향을 따라 배열될 때, 복수 개의 제2 배플(240)들은 마이크로 채널의 폭 방향을 따라 배열될 수 있다.
- [48] 이때, 적어도 하나의 제1 배플(230)은 인접하는 2개의 제2 배플(240) 사이에 위치하도록 마련된다. 복수 개의 제1 배플(230)과 복수 개의 제2 배플(240)은 마이크로 채널(210)의 유동 단면을 기준으로 엇갈리게 배열된다. 즉, 마이크로 채널(210)의 유동 단면을 기준으로, 적어도 하나의 제1 배플(230)은 인접하는 2개의 제2 배플(240) 사이에 위치하도록 마련된다.

- [49] 예를 들어, 복수 개의 제1 배플(230)들이 마이크로 채널의 폭 방향을 따라 배열되고, 복수 개의 제2 배플(240)들이 마이크로 채널의 폭 방향을 따라 배열될 때, 마이크로 채널(210)의 유동 단면을 기준으로, 적어도 하나의 제1 배플(230)은 마이크로 채널의 폭 방향을 따라 인접하는 2개의 제2 배플(240) 사이에 위치하도록 마련된다.
- [50] 또한, 복수 개의 제1 배플(230)들이 마이크로 채널의 높이 방향을 따라 배열되고, 복수 개의 제2 배플(240)들이 마이크로 채널의 높이 방향을 따라 배열될 때, 마이크로 채널(210)의 유동 단면을 기준으로, 적어도 하나의 제1 배플(230)은 마이크로 채널의 높이 방향을 따라 인접하는 2개의 제2 배플(240) 사이에 위치하도록 마련된다.
- [51] 또한, 채널 모듈(200)은, 마이크로 채널(210)로 대상물을 공급하는 유입 유로(201)와 마이크로 채널(210)을 통과한 대상물이 유입되는 유출 유로(202)와 제1 유로(210a)를 폭 방향(w) 또는 높이 방향(h)을 따라 복수 개의 공간으로 구획하도록 배열된 복수 개의 제1 배플(230) 및 제2 유로(210b)를 폭 방향(w) 또는 높이 방향(h)을 따라 복수 개의 공간으로 구획하도록 배열된 복수 개의 제2 배플(240)을 포함한다.
- [52] 또한, 제1 및 제2 배플(230, 240)은 상기 마이크로 채널(210)을 폭 방향(w) 또는 높이 방향(h)에 따라 2개의 공간으로 구획하도록 마련된다. 이하, 설명의 편의를 위하여, 폭 방향을 따라 마이크로 채널을 복수 개의 공간으로 구획하는 경우를 예로 들어 설명한다. 예를 들어, 상기 채널 모듈(200)은 대상물이 제1 및 제2 배플(230, 240)에 의해 구획된 각각의 공간(예를 들어, B)을 통과하도록 마련된다.
- [53] 인접하는 2개의 제1 배플(230) 사이의 간격은, 인접하는 2개의 제2 배플(240) 사이의 간격과 동일할 수 있다. 구체적으로, 제1 배플(230)에 의해 구획된 공간의 유동 단면적과 제2 배플(240)에 의해 구획된 공간의 유동 단면적을 동일할 수 있다. 즉, 그래핀이 제1 유로(210a)를 통과할 때, 구획 공간(B)의 유동 단면적과 제2 유로(210b)를 통과할 때 구획 공간의 유동 단면적이 동일할 수 있다. 이와는 다르게, 인접하는 2개의 제1 배플(230) 사이의 간격은, 인접하는 2개의 제2 배플(240) 사이의 간격과 다를 수 있다. 구체적으로, 제1 배플(230)에 의해 구획된 공간의 유동 단면적과 제2 배플(240)에 의해 구획된 공간의 유동 단면적을 다를 수 있다. 즉, 그래핀이 제1 유로(210a)를 통과할 때, 구획 공간(B)의 유동 단면적과 제2 유로(210b)를 통과할 때 구획 공간의 유동 단면적이 다를 수 있다.
- [54] 또한, 제1 배플(230)의 길이와 제2 배플(240)의 길이는 동일할 수도 있고, 제1 배플(230)의 길이와 제2 배플(240)의 길이는 다를 수 있다.
- [55] 또한, 그래핀 박리에 필요한 임계 전단 응력(shear rate)은 10^5 1/s을 기준으로 하고, 도 4의 A영역 및 도 5의 B영역의 전체 유로 단면적은 동일하다. 다만, 도 5의 B영역은 마이크로 채널(210) 내에 폭방향(w)으로 3개의 제1 배플(230)을 동일한 간격으로 배치되고, 마이크로 채널(210) 내의 유로 단면적은 4개로

구획된다.

[56] 제1 배플(230)에 의하여 박리 유효 면적이 증가하는 것을 확인하기 위하여, 제1 및 제2 배플이 배치되지 않은 A영역(도 4 참조)과 3개의 제1 배플이 배치된 B영역(도 5 참조)에 대하여, 각각 마이크로 채널(210)을 유동하는 그라파이트 분산액은 동일한 것으로, 동일 유량 조건으로 실험하였다. 다만, 동일 유량 조건을 만족시키기 위하여, 도 5에 도시된 마이크로 채널에 가해지는 압력(펌프 압력)(약, 9.3 bar)은 도 4에 도시된 마이크로 채널에 가해지는 압력(약, 6bar)보다 크다.

[57] 실험 결과, 마이크로 채널 내에 배플을 설치하지 않은 A영역의 경우 유로 단면을 기준으로 중앙 영역에서 임계 전단 응력(shear rate)보다 낮은 전단 응력이 발생하는 것이 확인되었다. 박리 유효 영역은 임계 전단 응력(shear rate)(10^5 1/s)보다 큰 전단 응력이 발생하는 영역을 나타낸다.

[58] 이와는 다르게, 도 5의 B영역의 경우, 박리 유효 면적(파란색 영역)이 증가(약 23%)하는 것을 확인할 수 있었다.

[59] 즉, 마이크로 채널(210) 내에 하나 이상의 배플(baffle)(230, 240)을 배치시키게 되면, 그래핀 박리에 필요한 임계전단응력(예를 들어, 10^5 1/s) 이상의 전단 응력(shear rate) 가해지는 영역을 증가하는 것을 확인할 수 있다. 상기 제1 및 제2 배플(230, 240)에 의하여, 마이크로 채널(210) 내부를 구획함으로써, 벽 면적을 증가시키고, 전단응력이 크게 나타나는 박리 유효 영역을 증가시킬 수 있다.

[60] 또한, 제1 배플(230)과 제2 배플(240)을 기준으로 설명하였으나, 본 발명은 이제 제한되지 않는다. 예를 들어, 마이크로 채널에는 대상물이 통과하는 방향을 따라 제1 유로 및 제N ($N > 2$, N은 자연수) 유로가 차례로 마련될 수 있다. 즉, 마이크로 채널은 대상물의 유출 방향을 따라 N개의 영역으로 구분될 수 있다. 이때, 제1 유로에는 마이크로 채널을 복수 개의 공간으로 구획하도록 배치된 복수 개의 제1 배플이 마련될 수 있고, 차례로, 제N 유로에는 마이크로 채널을 복수 개의 공간으로 구획하도록 배치된 복수 개의 제N 배플이 마련될 수 있다. 이때, 대상물의 유출 방향을 따라 마이크로 채널의 N개의 영역 중 인접하는 2개의 영역에서, 각각의 영역에 마련된 배플들은 영역 별로 엇갈려 배열될 수 있다. 즉, 그래핀 입자가 엇갈려 배열된 배플들을 복수 회 통과할수록 그래핀 박리 균일도가 높아진다.

[61] 도 6은 비교예와 관련된 고압 균질화 장치를 나타내는 사시도이다.

[62] 도 6에 도시된 고압 균질화 장치는 본 발명의 일 실시예와 다르게, 고압 균질화 장치가 제1 배플(230)로만 마이크로 채널이 구획된 구조를 갖는다.

[63] 도 7은 도 6에 도시된 고압 균질화 장치를 이용한 시플레이션 결과를 나타내고, 도 8은 도 5에 각각 도시된 고압 균질화 장치를 이용한 시플레이션 결과를 나타낸다.

[64] 또한, 도 9는 본 발명의 효과를 설명하기 위한 그래프이다.

[65] 도 7 및 도 8의 시플레이션 결과를 참조하면, 각각의 채널 모듈에서, 마이크로

채널(210)의 길이는 2mm이고, 폭은 320 μ m이며, 높이는 100 μ m이다.

- [66] 도 7을 참조하면, 도 6에 도시된 비교예를 이용하여 시뮬레이션 한 것으로, 부호 C는 큰 전단응력이 나타나는 벽 근처를 나타내고, 부호 D는 전단응력이 낮은 유로 중앙부(벽면과 벽면 사이 중앙부)를 나타낸다. 유동 단면적을 기준으로, D 부분은 중앙부에 해당한다.
- [67] 이와는 다르게, 도 8을 참조하면, 제1 유로(210a)와 제2 유로(210b)로 마이크로 채널(210)을 구분하고, 복수 개의 제1 배플(230)와 복수 개의 제2 배플(240)을 엇갈리게 배열함으로써, 제1 유로(210a)에서 전단 응력이 낮은 유로 중앙부에 흐르던 그래핀 입자의 유동이, 제2 유로(210b)에서 전단응력이 높은 벽 근처를 흐르게 된다. 또한, 제1 유로(210a)에서 전단 응력이 높은 벽 근처를 흐르던 그래핀 입자의 유동이, 제2 유로(210b)에서 전단응력이 낮은 유로 중앙부로 흐르는 것을 확인할 수 있다.
- [68] 이와 같이, 제1 유로(210a)와 제2 유로(210b)에 걸쳐 그래핀 입자들이 받는 전단응력의 수준(박리 수준)이 균일해짐에 따라, 그래핀 두께 편차가 감소된다. 구체적으로, 그래핀의 두께(박리 정도)는 마이크로 채널(210) 내에서 그라파이트 입자가 전단응력을 얼마나 많이 받는지에 따라 결정된다. 또한, 마이크로 채널(210) 내에서 그래핀 입자가 받는 전단 응력이 균일할수록 그래핀 두께 편차가 감소한다.
- [69] 또한, 마이크로 채널 내에서 그래핀 입자가 받는 전단응력을 정량적으로 비교하기 위해서 전단응력 적분값을 사용할 수 있다. 전단응력 적분값은 유동 시뮬레이션 결과에서, 유체입자들의 이동 경로를 따라 유체 입자가 받는 전단응력을 적분한 값으로서, 높은 전단응력 적분값을 가질수록 큰 전단응력을 받아 박리 수준이 높은 것으로 간주할 수 있다.
- [70] 도 9를 참조하면, 비교예(도 6에 도시된 고압 균질화 장치)에 비해, 실시예(도 5에 도시된 고압 균질화 장치)에서 전단응력 적분값의 분포가 좁아지는 것을 확인할 수 있다. 즉, 입자들이 받는 전단응력의 차이가 감소하고, 그래핀 두께가 균일해짐을 확인할 수 있다.
- [71] 위에서 설명된 본 발명의 바람직한 실시예는 예시의 목적을 위해 개시된 것이고, 본 발명에 대한 통상의 지식을 가지는 당업자라면 본 발명의 사상과 범위 안에서 다양한 수정, 변경, 부가가 가능할 것이며, 이러한 수정, 변경 및 부가는 하기의 특허청구범위에 속하는 것으로 보아야 할 것이다.

산업상 이용가능성

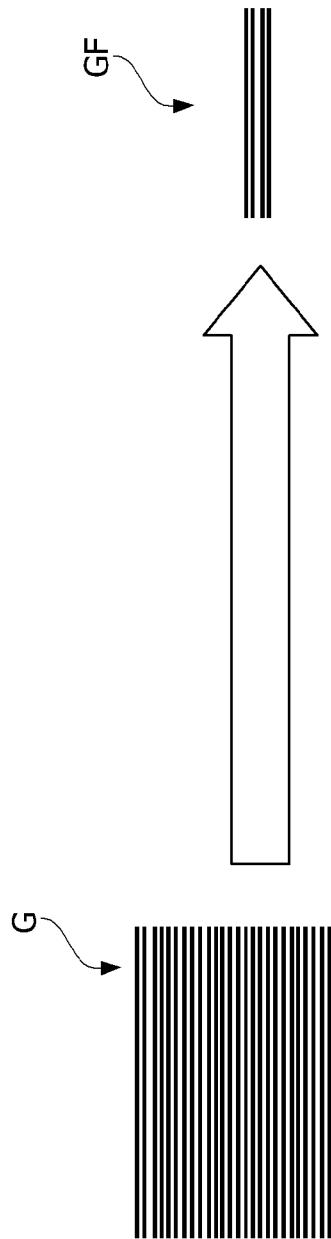
- [72] 본 발명에 따르면, 고압 균질화 장치를 이용하여, 그라파이트로부터 그래핀 단일층을 박리하는 공정에서, 마이크로 채널 내 박리 유효 영역을 증가시켜 생산성을 향상시킬 수 있다.

청구범위

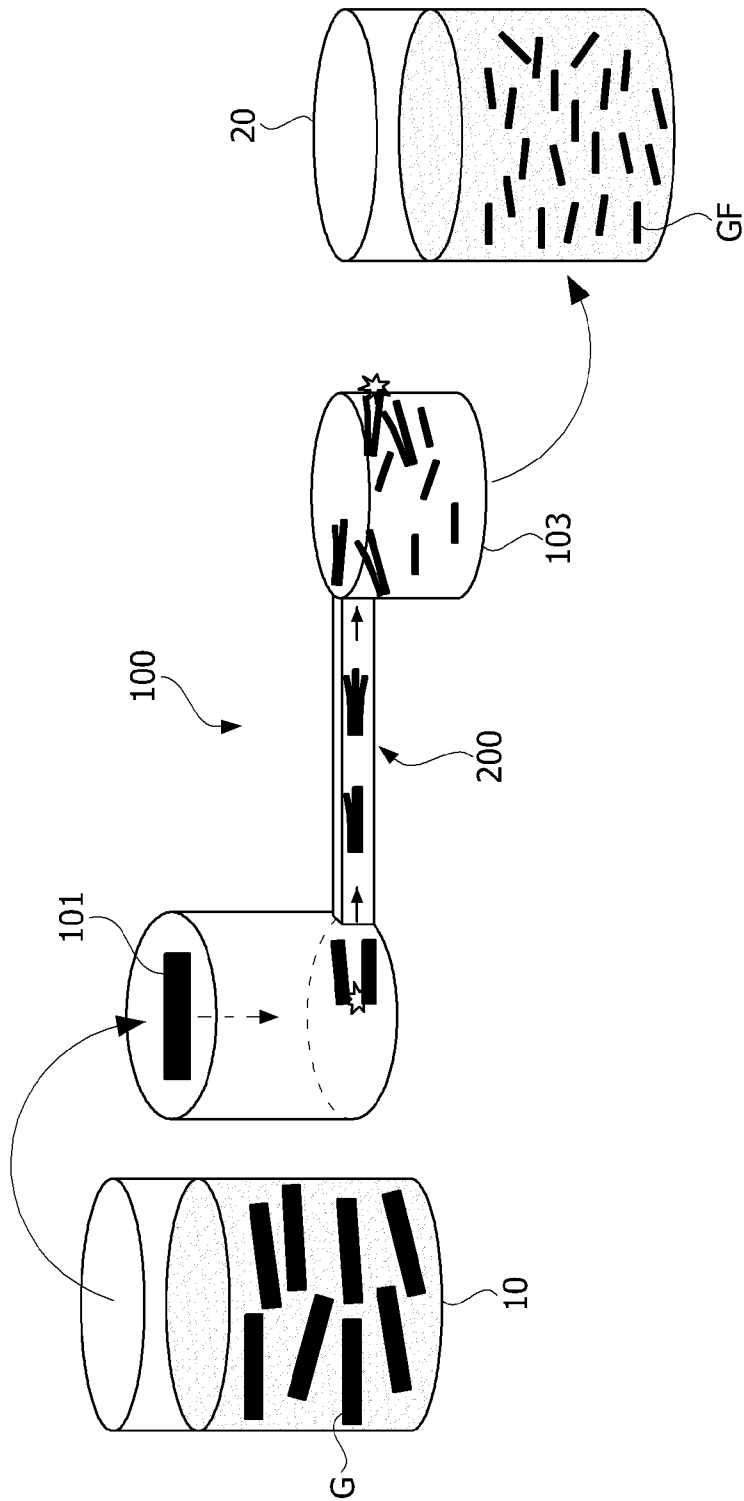
- [청구항 1] 균질화를 위한 대상물이 통과하는 마이크로 채널을 포함하는 채널 모듈을 포함하며,
 마이크로 채널에는 대상물이 통과하는 방향을 따라 제1 유로 및 제2 유로가 차례로 마련되고,
 제1 유로에는 마이크로 채널을 복수 개의 공간으로 구획하도록 배치된 복수 개의 제1 배플이 마련되며,
 제2 유로에는 마이크로 채널을 복수 개의 공간으로 구획하도록 배치된 복수 개의 제2 배플이 마련되고,
 적어도 하나의 제1 배플은 인접하는 2개의 제2 배플 사이에 위치하도록 마련된 고압 균질화 장치.
- [청구항 2] 제 1 항에 있어서,
 제1 및 제2 배플은 각각 상기 마이크로 채널을 폭 방향 또는 높이 방향에 따라 2개의 공간으로 구획하도록 마련된 고압 균질화 장치.
- [청구항 3] 제 1 항에 있어서,
 인접하는 2개의 제1 배플 사이의 간격은, 인접하는 2개의 제2 배플 사이의 간격과 동일한 고압 균질화 장치.
- [청구항 4] 제 1 항에 있어서,
 인접하는 2개의 제1 배플 사이의 간격은, 인접하는 2개의 제2 배플 사이의 간격과 다른 고압 균질화 장치.
- [청구항 5] 제 1 항에 있어서,
 제1 배플의 길이와 제2 배플의 길이는 동일한 고압 균질화 장치.
- [청구항 6] 제 1 항에 있어서,
 제1 배플의 길이와 제2 배플의 길이는 다른 고압 균질화 장치.
- [청구항 7] 제 1 항에 있어서,
 상기 채널 모듈은 대상물이 제1 및 제2 배플에 의해 구획된 각각의 공간을 통과하도록 마련된 고압 균질화 장치.
- [청구항 8] 제 1 항에 있어서,
 상기 마이크로 채널의 길이는 2mm 내지 1000mm인 고압 균질화 장치.
- [청구항 9] 제 1 항에 있어서,
 마이크로 채널은 대상물의 이동 방향을 따라 제1 유로와 제2 유로의 유동 면적이 일정한 고압 균질화 장치.
- [청구항 10] 제 1 항에 있어서,
 마이크로 채널은 균질화 대상물의 이동 방향에 수직하는 단면이 직사각형 형상인 고압 균질화 장치.
- [청구항 11] 제 10 항에 있어서,
 상기 마이크로 채널의 단면은 폭이 높이보다 큰 직사각형 형상인 고압

- 균질화 장치.
- [청구항 12] 제 11 항에 있어서,
상기 마이크로 채널은 폭과 높이의 비율이 2:1 내지 10:1이 되도록 형성된
고압 균질화 장치.
- [청구항 13] 제 1 항에 있어서,
마이크로 채널의 단면적은 $1.0 \times 10^2 \mu\text{m}^2$ 내지 $1.0 \times 10^8 \mu\text{m}^2$ 인 고압 균질화
장치.
- [청구항 14] 균질화를 위한 대상물이 통과하는 마이크로 채널을 포함하는 채널
모듈을 포함하며,
마이크로 채널에는 대상물이 통과하는 방향을 따라 제1 유로 내지 제N
($N > 2$) 유로가 차례로 마련되고,
채널 모듈은, 마이크로 채널로 대상물을 공급하는 유입 유로와 마이크로
채널을 통과한 대상물이 유입되는 유출 유로를 포함하며,
제1 유로에는 폭 방향 또는 높이 방향을 따라 복수 개의 공간으로
구획하도록 배열된 복수 개의 제1 배플이 마련되고, 차례로 제N 유로에는
폭 방향 또는 높이 방향을 따라 복수 개의 공간으로 구획하도록 배열된
복수 개의 제N 배플을 포함하고,
마이크로 채널의 N개의 영역 중 인접하는 2개의 영역에서, 각각의 영역에
마련된 배플들은 마이크로 채널의 유동 단면을 기준으로 영역 별로
엇갈려 배열된 고압 균질화 장치.
- [청구항 15] 제 14 항에 있어서,
유입 유로는 대상물의 이동 방향을 따라 적어도 일부에서 유동 면적이
작아지도록 마련되고, 유출 유로는 대상물의 이동 방향을 따라 적어도
일부에서 유동 면적이 증가하도록 고압 균질화 장치.
- [청구항 16] 제 1 항 내지 제 13 항 중 어느 한 항에 따른 고압 균질화 장치를 사용한
그래핀 제조 방법에 있어서,
그라파이트를 포함하는 용액을 채널 모듈에 공급하는 단계; 및
채널 모듈에 100 내지 3000 bar의 압력을 가하여 그라파이트를 포함하는
용액을 통과시키는 단계를 포함하는 그래핀 제조방법.

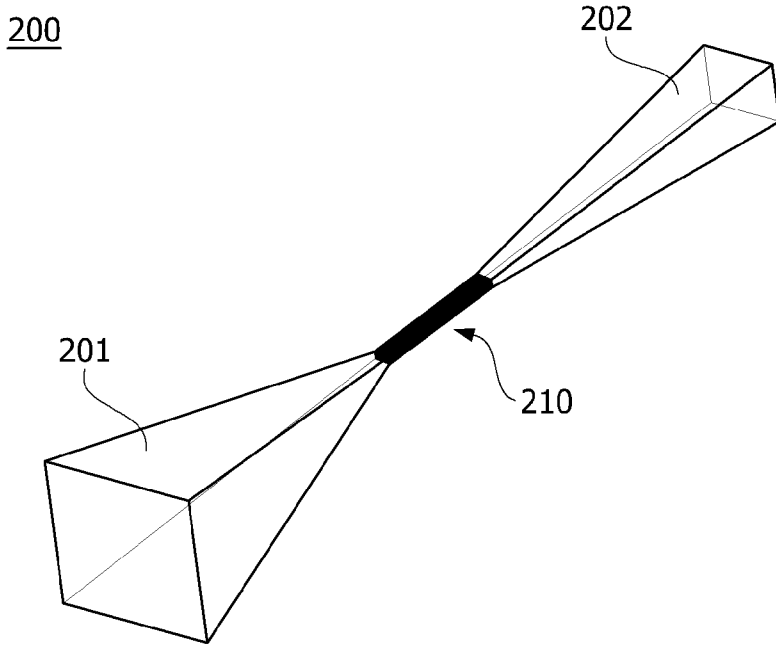
[도 1]



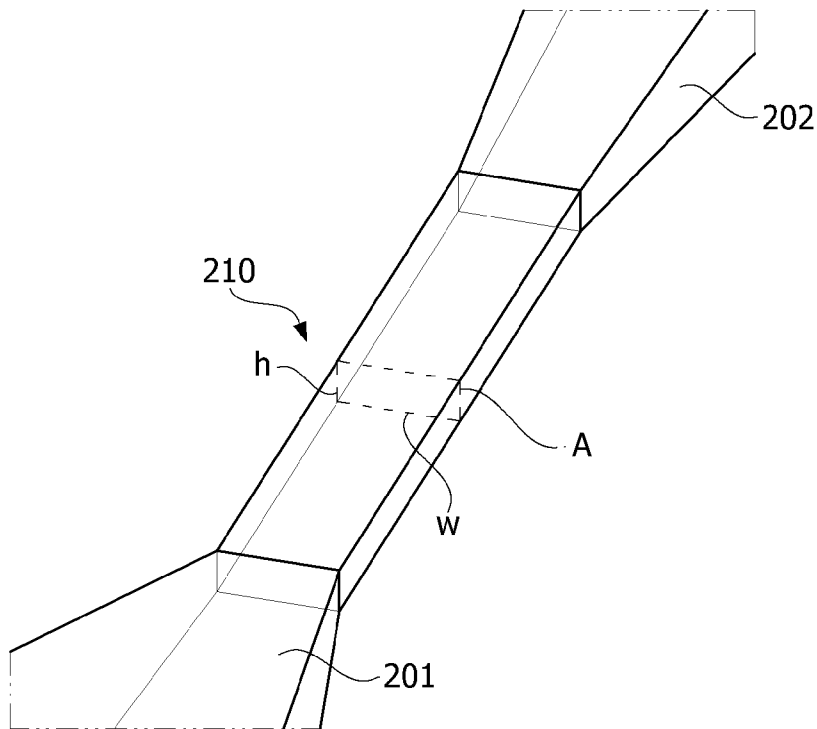
[도2]



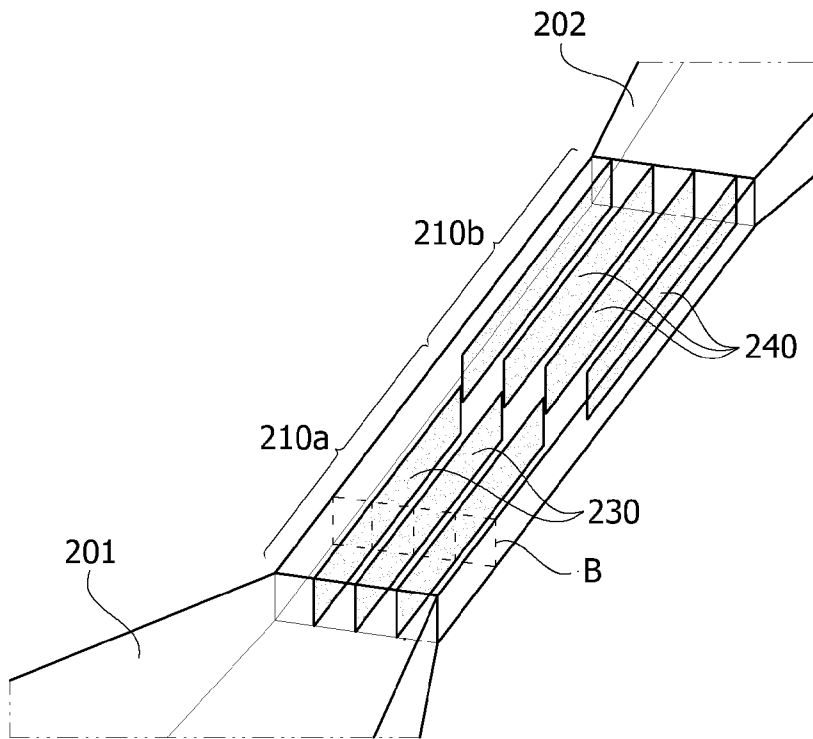
[도3]



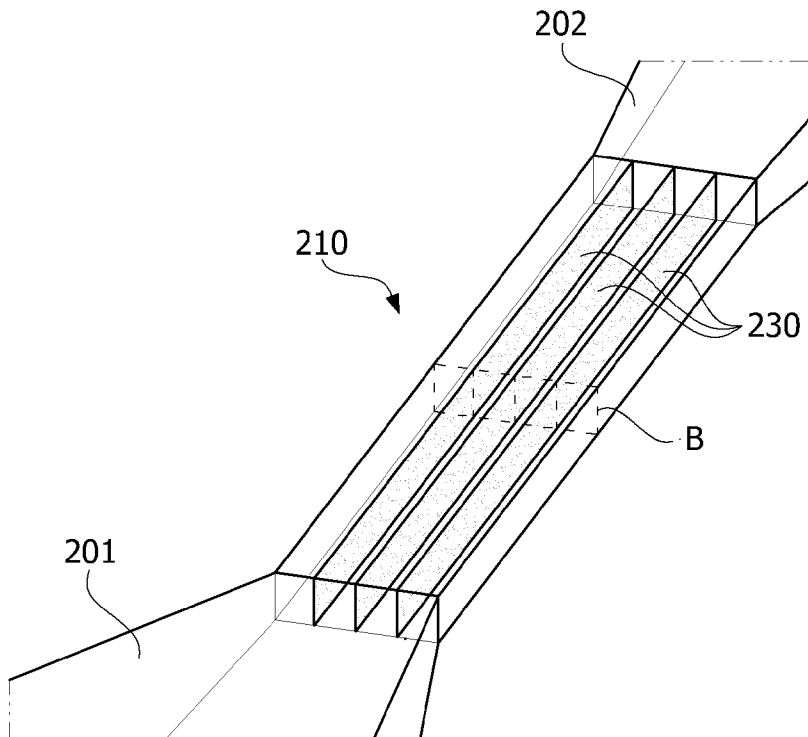
[도4]



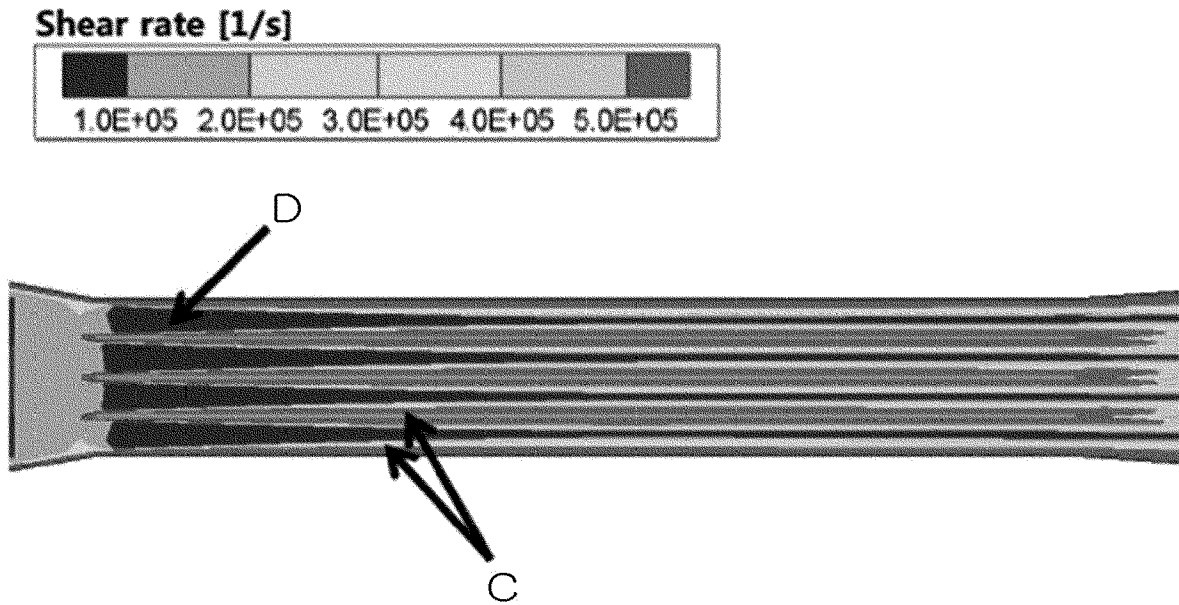
[도5]



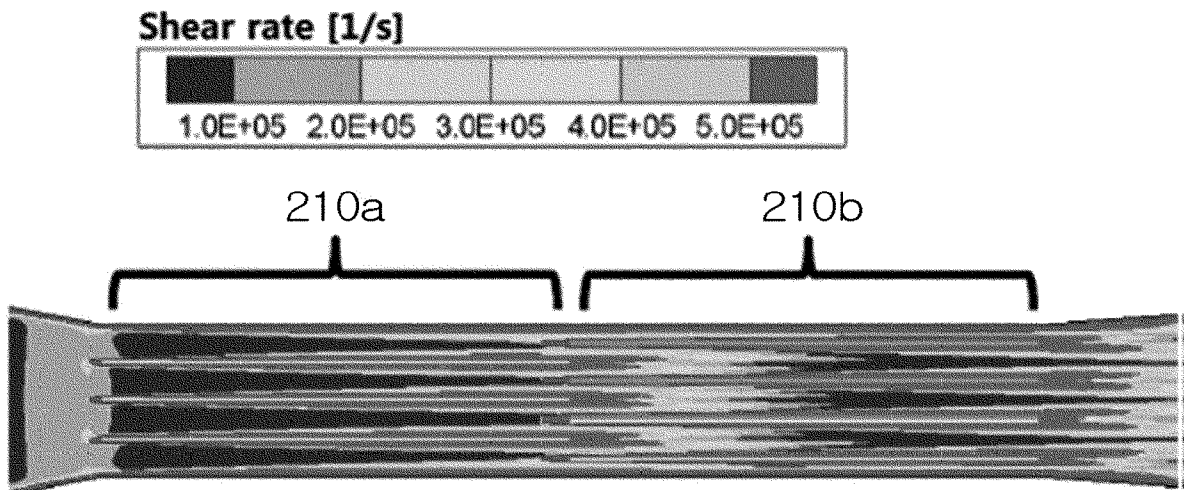
[도6]



[도7]



[도8]



[도9]

