



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0044072
(43) 공개일자 2020년04월28일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 32/184 (2017.01) C01B 32/162 (2017.01)
C01B 32/178 (2017.01)
(52) CPC특허분류
C01B 32/184 (2017.08)
C01B 32/162 (2017.08)
(21) 출원번호 10-2020-7008303
(22) 출원일자(국제) 2018년08월22일
심사청구일자 2020년03월20일
(85) 번역문제출일자 2020년03월20일
(86) 국제출원번호 PCT/US2018/047483
(87) 국제공개번호 WO 2019/040597
국제공개일자 2019년02월28일
(30) 우선권주장
62/548,942 2017년08월22일 미국(US)
(뒷면에 계속)

(71) 출원인
테르마 코퍼레이션
미국 캘리포니아주 95035 밀피타스 사우스 힐뷰
드라이브 458
(72) 발명자
응우옌, 캐티엔 브이
미국, 캘리포니아 95035, 밀피타스, 사우스 힐뷰
드라이브 458, 테르마 코퍼레이션 내
(74) 대리인
성낙훈

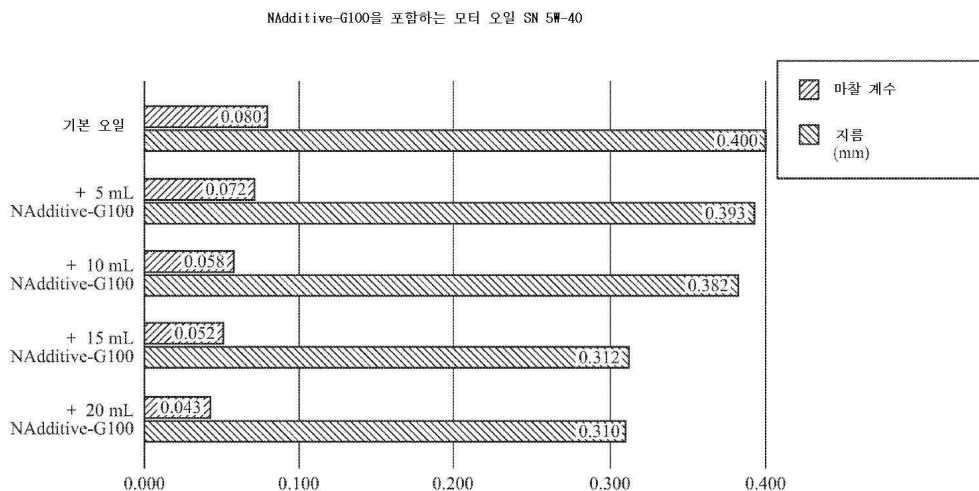
전체 청구항 수 : 총 20 항

(54) 발명의 명칭 그래핀 나노리본, 그래핀 나노 플레이틀렛 및 이들의 혼합물 그리고 합성 방법

(57) 요약

높은 구조적 균일성 및 낮은 수준의 불순물을 갖는 그래핀 나노리본 및 이것의 합성 방법이 본 명세서에 제공된다. 또한 월등한 구조적 균일성 및 낮은 수준의 불순물을 갖는 그래핀 나노플레이틀렛 및 이것의 합성 방법이 본 명세서에 제공된다. 우수한 구조적 균일성 및 낮은 수준의 불순물을 갖는 그래핀 나노리본과 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물 및 그 합성 방법이 또한 본 명세서에 제공된다. 이 방법은, 예를 들어 일정하게 이동하는 기관 상에 촉매를 증착시키는 단계, 기관 상에 탄소 나노튜브를 형성하는 단계, 기관으로부터 탄소 나노튜브를 분리하는 단계, 표면으로부터 탄소 나노튜브를 수집하는 단계를 포함하고 여기서 기관은 증착, 형성, 분리 및 수집 단계를 연속적이고 순차적으로 통해서 이동한다. 또한 처리 단계는 합성된 탄소 나노튜브를 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 및 이들의 혼합물로 변환시킨다.

대표도 - 도17



(52) CPC특허분류

C01B 32/178 (2017.08)
C01B 2204/06 (2013.01)
C01B 2204/30 (2013.01)
C01P 2006/80 (2013.01)

(30) 우선권주장

62/548,945	2017년08월22일	미국(US)
62/548,952	2017년08월22일	미국(US)
62/548,955	2017년08월22일	미국(US)

명세서

청구범위

청구항 1

그래핀 나노리본을 합성하기 위한 방법으로서,
 일정하게 이동하는 기판 상에 촉매를 연속적으로 증착시키는 단계;
 상기 기판 상에 탄소 나노튜브를 형성하는 단계;
 상기 기판으로부터 탄소 나노튜브를 분리하는 단계;
 탄소 나노튜브를 수집하는 단계; 및
 탄소 나노튜브를 그래핀 나노리본으로 변환시키는 단계를 포함하고;
 상기 기판은 증착, 형성, 분리 및 수집 단계를 순차적으로 통해 이동하는, 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,
 그래핀 나노리본이 균일한 길이를 갖는, 방법.

청구항 3

제 2 항에 있어서,
 균일한 길이가 약 $50\mu\text{m}$, 약 $100\mu\text{m}$, 약 $150\mu\text{m}$ 또는 약 $200\mu\text{m}$ 인, 방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,
 그래핀 나노리본이 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 큰 순도를 갖는, 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,
 그래핀 나노리본이 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 큰 순도를 가지고 약 $50\mu\text{m}$, 약 $100\mu\text{m}$, 약 $150\mu\text{m}$ 또는 약 $200\mu\text{m}$ 의 균일한 길이를 갖는, 방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서,
 탄소 나노튜브가 화학적 산화, 플라즈마 에칭, 전기화학적 산화 또는 초음파화학에 의해 그래핀 나노리본으로 변환되는, 방법.

청구항 7

균일한 길이 및 90%보다 큰 순도를 갖는, 그래핀 나노리본.

청구항 8

제 7 항에 있어서,
 균일한 길이가 약 $50\mu\text{m}$, 약 $100\mu\text{m}$, 약 $150\mu\text{m}$ 또는 약 $200\mu\text{m}$ 인, 그래핀 나노리본.

청구항 9

제 7 항에 있어서,

순도가 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 큰, 그래핀 나노리본.

청구항 10

제 7 항에 있어서,

순도가 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 크고 균일한 길이가 약 $50\mu\text{m}$, 약 $100\mu\text{m}$, 약 $150\mu\text{m}$ 또는 약 $200\mu\text{m}$ 인, 그래핀 나노리본.

청구항 11

제 7 항에 있어서,

오일 또는 윤활제 내에 현탁되는, 그래핀 나노리본.

청구항 12

제 11 항에 있어서,

그래핀 나노리본의 농도가 약 25mg/L, 약 50mg/L, 100mg/L 또는 약 200mg/L인, 현탁액.

청구항 13

90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 큰 순도 및 약 $50\mu\text{m}$, 약 $100\mu\text{m}$, 약 $150\mu\text{m}$ 또는 약 $200\mu\text{m}$ 의 균일한 길이를 갖는, 그래핀 나노리본.

청구항 14

그래핀 나노리본 및 그래핀 나노플레이테렛의 혼합물을 합성하기 위한 방법으로서,

일정하게 이동하는 기관 상에 촉매를 연속적으로 증착시키는 단계;

상기 기관 상에 탄소 나노튜브를 형성하는 단계;

상기 기관으로부터 탄소 나노튜브를 분리하는 단계;

탄소 나노튜브를 수집하는 단계; 및

탄소 나노튜브를 그래핀 나노리본 및 그래핀 나노플레이테렛의 혼합물로 변환시키는 단계를 포함하고;

상기 기관은 증착, 형성, 분리 및 수집 단계를 순차적으로 통해 이동하는, 방법.

청구항 15

제 14 항에 있어서,

오일 또는 윤활제 내에 현탁되는, 그래핀 나노플레이테렛 및 그래핀 나노리본.

청구항 16

제 15 항에 있어서,

그래핀 나노플레이테렛 및 그래핀 나노리본의 농도가 약 25mg/L, 약 50mg/L, 100mg/L 또는 약 200mg/L인, 현탁액.

청구항 17

그래핀 나노플레이테렛을 합성하기 위한 방법으로서,

일정하게 이동하는 기관 상에 촉매를 연속적으로 증착시키는 단계;

상기 기관 상에 탄소 나노튜브를 형성하는 단계;

상기 기관으로부터 탄소 나노튜브를 분리하는 단계;

탄소 나노튜브를 수집하는 단계; 및

탄소 나노튜브를 그래핀 나노플레이트렛으로 변환시키는 단계를 포함하고;

상기 기판은 증착, 형성, 분리 및 수집 단계를 순차적으로 통해 이동하는, 방법.

청구항 18

90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 큰 순도 및 약 50 μ m, 약 100 μ m, 약 150 μ m 또는 약 200 μ m의 균일한 길이를 갖는, 그래핀 나노플레이트렛.

청구항 19

제 18 항에 있어서,

오일 또는 윤활제 내에 현탁되는, 그래핀 나노플레이트렛.

청구항 20

제 12 항에 있어서,

그래핀 나노플레이트렛의 농도가 약 25mg/L, 약 50mg/L, 100mg/L 또는 약 200mg/L인, 현탁액.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 출원은 35 U.S.C. § 119(e) 하에 2017년 8월 22일 출원된 미국 임시 출원 일련번호 제62/548,942호, 2017년 8월 22일 출원된 미국 임시 출원 일련번호 제62/548,945호, 2017년 8월 22일 출원된 미국 임시 출원 일련번호 제62/548,952호 및 2017년 8월 22일 출원된 미국 임시 출원 일련번호 제62/548,955호의 우선권을 주장하며 이들 모두는 그 전체가 본 명세서에 참조로서 포함된다.

[0002] 높은 구조적 균일성 및 낮은 수준의 불순물을 갖는 그래핀 나노리본 및 이것의 합성 방법이 본 명세서에 제공된다. 또한 월등한 구조적 균일성 및 낮은 수준의 불순물을 갖는 그래핀 나노플레이트렛 및 이것의 합성 방법이 본 명세서에 제공된다. 우수한 구조적 균일성 및 낮은 수준의 불순물을 갖는 그래핀 나노리본과 그래핀 나노플레이트렛의 혼합물 및 그 합성 방법이 또한 본 명세서에 제공된다. 이 방법은, 예를 들어 일정하게 이동하는 기판 상에 촉매를 증착시키는 단계, 기판 상에 탄소 나노튜브를 형성하는 단계, 기판으로부터 탄소 나노튜브를 분리하는 단계, 표면으로부터 탄소 나노튜브를 수집하는 단계를 포함하고 여기서 기판은 증착, 형성, 분리 및 수집 단계를 연속적이고 순차적으로 통해서 이동한다. 또한 처리 단계는 합성된 탄소 나노튜브를 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이트렛 및 이들의 혼합물로 변환시킨다.

배경 기술

[0003] 그래핀 나노리본(GNR)은 단일의 또는 소수의 잘 알려진 탄소 동소체 흑연질 탄소로서, 전자 장치, 트랜지스터 제작 및 오일 첨가제에 적용될 수 있도록 하는 뛰어난 전기적 및 물리적 특성을 가진다. GNR은 구조적으로 높은 종횡비를 가지며 길이가 폭 또는 두께보다 훨씬 길다.

[0004] 그래핀 나노플레이트렛(GNP)은 길이가 마이크론 또는 서브 마이크론 범위에 있고 따라서 GNP에게 GNR의 높은 종횡비가 없다는 점을 제외하고는 GNR과 유사하다. GNP는 또한 탄소 나노튜브(CNT) 및 GNR의 유용한 특성 중 다수를 보유한다.

[0005] GNR은 화학적 공정을 이용하여 CVD 및 흑연으로부터 제조되었다. 가장 통상적으로 GNR은 화학적 압축 해체에 의해 CNT로부터 제조되었고 GNR의 품질은 CNT 출발 재료의 순도에 의존한다.

[0006] GNP는 일반적으로 화학적 박리, 열충격 및 전단에 의해서, 또는 플라즈마 반응기 내에서 흑연으로부터 제조되어 왔다. 그러나, 상기 방법은 폭과 길이의 우수한 제어로 높은 수율, 우수한 순도로 GNR 및 GNP를 제공하지 못한다.

[0007] 최근에, 우수한 수율 및 높은 순도로 탄소 나노튜브를 GNR로 변환시키는 다수의 방법이 등장했다(Hirsch, Angew Chem. Int. Ed. 2009, 48, 2694). GNR을 제조하는데 사용된 위의 방법들 중 일부의 보다 극단적인 조건은 GNR

로부터 GNP의 합성을 발생시킬 수 있다. 그러나, 탄소 나노튜브 및 이들 CNT로부터 생성된 GNR 및 GNP의 순도 및 균일성은 CNT의 제조 방법에 의해 결정된다.

[0008] 현재의 CNT 제조 방법은 전형적으로 예를 들어 금속 촉매 및 비정질 탄소와 같은 상당한 불순물을 포함하는 CNT를 생산한다. CNT의 합성 후에는 통상적으로 정제 단계가 요구되며, 이는 상당한 양의 금속 촉매 및 비정질 탄소로 오염되지 않은 탄소 나노튜브를 제공하기 위한 유동 반응기 방법이다. CNT 정제 단계는 큰 규모의 비용이 높은 화학 플랜트가 필요로 하며, 이는 90%보다 높은 순도의 대량의 CNT를 생산하는 비용을 매우 높아지게 한다. 또한, 현재의 CNT 제조 방법은 구조적 균일성이 낮은 CNT(즉, 가변적인 길이의 CNT)를 생산한다.

[0009] 따라서, 높은 구조적 균일성 및 순도를 갖는 고품질의 저렴한 GNR 및 GNP를 제공하기 위한 새로운 방법이 필요하다. 이들 방법은 높은 구조적 균일성 및 순도의 CNT를 제조하는 것을 포함할 것이며, 이것은 그 후에 높은 구조적 균일성 및 순도의 GNR 및 GNP로 변환될 수 있다.

발명의 내용

[0010] 본 발명은 일 양태에서 그래핀 나노리본을 합성하기 위한 방법을 제공함으로써 이러한 필요성 및 다른 요구를 만족시킨다. 일부 실시예에서, 이 방법은 일정하게 이동하는 기관 상에 촉매를 연속적으로 증착시키는 단계, 기관 상에 탄소 나노튜브를 형성하는 단계, 기관으로부터 탄소 나노튜브를 분리하는 단계, 탄소 나노튜브를 수집하는 단계 및 탄소 나노튜브를 그래핀 나노리본으로 변환시키는 단계를 포함하고, 이 기관은 증착, 형성, 분리 및 수집 단계를 순차적으로 통해 이동한다.

[0011] 다른 양태에서, 균일한 길이 및 95%보다 큰 순도를 갖는 그래핀 나노리본이 제공된다.

[0012] 또 다른 양태에서, 그래핀 나노플레이틀렛을 합성하기 위한 방법이 제공된다. 일부 실시예에서, 이 방법은 일정하게 이동하는 기관 상에 촉매를 연속적으로 증착시키는 단계, 기관 상에 탄소 나노튜브를 형성하는 단계, 기관으로부터 탄소 나노튜브를 분리하는 단계, 탄소 나노튜브를 수집하는 단계 및 탄소 나노튜브를 그래핀 나노플레이틀렛으로 변환시키는 단계를 포함하고, 이 기관은 증착, 형성, 분리 및 수집 단계를 순차적으로 통해 이동한다.

[0013] 또 다른 양태에서, 균일한 길이 및 95%보다 큰 순도를 갖는 그래핀 나노플레이틀렛이 제공된다.

[0014] 또 다른 양태에서, 그래핀 나노리본 및 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물을 합성하기 위한 방법이 제공된다. 일부 실시예에서, 이 방법은 일정하게 이동하는 기관 상에 촉매를 연속적으로 증착시키는 단계, 기관 상에 탄소 나노튜브를 형성하는 단계, 기관으로부터 탄소 나노튜브를 분리하는 단계, 탄소 나노튜브를 수집하는 단계 및 탄소 나노튜브를 그래핀 나노리본 및 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물로 변환시키는 단계를 포함하고, 이 기관은 증착, 형성, 분리 및 수집 단계를 순차적으로 통해 이동한다.

[0015] 또 다른 양태에서, 균일한 길이 및 95%보다 큰 순도를 갖는 그래핀 나노리본 및 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다.

도면의 간단한 설명

[0016] 도 1은 기관 상에 촉매를 증착시키는 단계; 기관 상에 탄소 나노튜브를 형성하는 단계; 기관으로부터 탄소 나노튜브를 분리하는 단계; 및 높은 순도 및 구조적 균일성의 탄소 나노튜브를 수집하는 단계를 포함하는, 탄소 나노튜브의 합성을 위한 예시적인 흐름도를 도시한다.

도 2는 기관 상에 탄소 나노튜브를 형성하는 단계; 기관으로부터 탄소 나노튜브를 분리하는 단계; 및 높은 순도 및 구조적 균일성의 탄소 나노튜브를 수집하는 단계를 포함하는, 탄소 나노튜브의 합성을 위한 예시적인 흐름도를 도시한다.

도 3은 일정하게 이동하는 기관 상에 촉매를 연속적으로 증착하는 단계; 이동하는 기관 상에 CNT를 형성하는 단계; 이동하는 기관으로부터 CNT를 분리하는 단계; 및 높은 순도 및 구조적 균일성을 가진 CNT를 수집하는 단계를 포함하는, 탄소 나노튜브의 연속적인 합성을 위한 예시적인 흐름도를 도시한다.

도 4는 금속 기관을 함유하는 이동하는 기관 상에 CNT를 형성하는 단계; 이동하는 기관으로부터 CNT를 분리하는 단계; 및 높은 순도 및 구조적 균일성을 가진 탄소 나노튜브를 수집하는 단계를 포함하는, 탄소 나노튜브의 연속적인 합성을 위한 예시적인 흐름도를 도시한다.

도 5는 모듈을 통해 기관을 전진시키기 위한 수송 모듈; 촉매 모듈; 나노튜브 합성 모듈; 분리 모듈; 및 수집

모듈과 같은 순차적으로 배치된 다양한 모듈을 포함하는, 탄소 나노튜브의 연속적인 합성을 위한 장치를 개략적으로 도시한다.

도 6은 모듈을 통해 기관을 전진시키기 위한 수송 모듈; 촉매 모듈; 나노튜브 합성 모듈; 분리 모듈; 및 수집 모듈과 같은 순차적으로 배치된 다양한 모듈을 포함하는, 탄소 나노튜브의 연속적인 합성을 위한 기관의 폐쇄-루프 공급을 갖는 장치를 개략적으로 도시한다.

도 7은 예시적인 분리 모듈을 개략적으로 도시한다.

도 8은 나노튜브 합성 모듈에서 사용될 수 있는 다수의 기관을 포함하는 직사각형 석영 챔버의 수평도를 개략적으로 도시한다.

도 9는 나노튜브 합성 모듈에서 사용될 수 있는 다수의 기관을 포함하는 직사각형 석영 챔버의 사시도를 도시한다.

도 10은 본 명세서에 기술된 방법 및 장치에 의해 생산된 MWCNT에 대해 99.4%보다 큰 순도를 나타내는 TGA 결과를 도시한다.

도 11은 본 명세서에 기술된 방법 및 장치에 의해 생산된 MWCNT가 산업 등급 샘플과 비교할 때 매우 결정질임을 나타내는 라만 스펙트럼을 도시한다.

도 12는 본 명세서에 기술된 방법에 의해 생산된 그래핀 나노리본에 대해 99%보다 큰 순도를 나타내는 TGA 결과를 도시한다.

도 13은 본 명세서에 기술된 방법에 의해 생산된 그래핀 나노리본이 산업 등급 샘플과 비교할 때 매우 결정질임을 나타내는 라만 스펙트럼을 도시한다.

도 14는 높은 순도를 갖는 그래핀 나노리본의 전자 현미경 사진을 도시한다.

도 15는 높은 순도를 갖는 그래핀 나노리본과 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물의 전자 현미경 사진을 도시한다.

도 16은 높은 순도를 갖는 그래핀 나노플레이틀렛의 전자 현미경 사진을 도시한다.

도 17은 4개의 불 테스트 파라미터에서 기본 오일 내의 그래핀(Nadditive-G100)의 농도 증가가 마찰 계수와 Scar 지름을 어떻게 감소시키는지를 도시한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0017]

정의

[0018]

달리 정의되지 않는 한, 본 명세서에 사용된 모든 기술 및 과학적 용어는 본 발명이 속하는 기술분야의 통상의 기술자에 의해 일반적으로 이해되는 것과 동일한 의미를 갖는다. 본 명세서에서 용어에 대해 복수의 정의가 존재하는 경우, 달리 언급되지 않는 한 이 섹션의 정의가 우선한다.

[0019]

본 명세서에 사용된 "탄소 나노튜브"는 원통형 구조를 갖는 탄소의 동소체를 지칭한다. 탄소 나노튜브는 C5 및/또는 C7 고리 구조의 포함과 같은 결합을 가질 수 있고, 그에 따라 탄소 나노튜브는 직선형이 아니며, 코일형 구조를 포함할 수 있고 C-C 결합 배열에서 무작위 분포된 결합 부위를 포함할 수 있다. 탄소 나노튜브는 하나 이상의 동심 원통형 층을 포함할 수 있다. 본 명세서에 사용된 용어 "탄소 나노튜브"는 단일 벽 탄소 나노튜브, 이중 벽 탄소 나노튜브, 다중 벽 탄소 나노튜브만을 단독으로 정제된 형태로서 또는 이들의 혼합물로서 포함한다. 일부 실시예에서, 탄소 나노튜브는 다중 벽이다. 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브는 단일 벽이다. 또 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브는 이중 벽이다. 또 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브는 단일 벽과 다중 벽 나노튜브의 혼합물이다. 또 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브는 단일 벽과 이중 벽 나노튜브의 혼합물이다. 또 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브는 이중 벽과 다중 벽 나노튜브의 혼합물이다. 또 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브는 단일 벽, 이중 벽 및 다중 벽 나노튜브의 혼합물이다.

[0020]

본 명세서에 사용된 "다중 벽 탄소 나노튜브"는 흑연과 같은 층간 거리를 가진 다수의 동심으로 중첩된 그래핀 시트로 구성된 탄소 나노튜브를 지칭한다.

[0021]

본 명세서에 사용된 "이중 벽 탄소 나노튜브"는 두 개의 동심으로 중첩된 그래핀 시트를 갖는 탄소 나노튜브를 지칭한다.

- [0022] 본 명세서에 사용된 "단일 벽 탄소 나노튜브"는 단일 원통형 그래핀 층을 갖는 탄소 나노튜브를 지칭한다.
- [0023] 본 명세서에 사용된 "수직-정렬된 탄소 나노튜브"는 기판 상에 증착된 탄소 나노튜브의 어레이를 지칭하며, 여기서 탄소 나노튜브의 구조는 기판에 물리적으로 수직으로 정렬된다.
- [0024] 본 명세서에 사용된 "촉매" 또는 "금속 촉매"는 탄화수소 기체의 분해에 사용되며 화학적 기상 증착 공정에 의해 탄소 나노튜브의 형성을 돕는 Fe, Ni, Co, Cu, Ag, Pt, Pd, Au 등의 금속 또는 금속의 조합을 지칭한다.
- [0025] 본 명세서에 사용된 "화학적 기상 증착"은 플라즈마 강화 화학적 기상 증착, 열 화학적 기상 증착, 알코올 촉매 CVD, 기상 성장, 에어로젤 지원 CVD 및 레이저 지원 CVD를 지칭한다.
- [0026] 본 명세서에 사용된 "플라즈마 강화 화학적 기상 증착"은 탄화수소 기체 혼합물을 표면에 탄소 나노튜브를 증착시키는 여겨된 종으로 변환시키기 위해 플라즈마(예를 들어, 글로우 방전)를 사용하는 것을 지칭한다.
- [0027] 본 명세서에 사용된 "열 화학적 기상 증착"은 표면에 탄소 나노튜브를 증착시키는데 사용될 수 있는 촉매의 존재하의 탄화수소 증기의 열 분해를 지칭한다.
- [0028] 본 명세서에 사용된 "물리적 기상 증착"은 원하는 필름 재료 중 기화된 재료를 필름 재료 상에 응축시킴으로써 박막을 증착시키도록 사용되는 진공 증착 방법을 지칭하며 음극 아크 증착, 전자 빔 증착, 증발식 증착, 펄스 레이저 증착 및 스퍼터 증착과 같은 기술을 포함한다.
- [0029] 본 명세서에 사용된 "탄소 나노튜브 형성"은 반응 챔버에서 기판 상에 탄소 나노튜브를 형성하기 위한, 본 명세서에 기술된 화학적 및 물리적 기상 증착 방법을 포함하는 임의의 기상 증착 공정을 지칭한다.
- [0030] 탄소 나노튜브는 우월한 전류 운반 용량, 높은 열 전도성, 우수한 기계적 강도 및 넓은 표면적과 같이 다수의 응용분야에서 바람직한 뛰어난 물리적 특성을 갖는 비교적 새로운 재료이다. 탄소 나노튜브는 오직 다이아몬드의 열전도율보다 낮은 3000W/mK만큼 높은 값의 뛰어난 열전도율을 가진다. 탄소 나노튜브는 대기 조건 하에서 400℃보다 높은 온도에서 기계적으로 강하고 열적으로 안정적이며 특히 수직 정렬시 가역적인 기계적 유연성을 가진다. 따라서, 탄소 나노튜브는 이러한 고유한 유연성으로 인해 서로 다른 표면 형태에 기계적으로 순응할 수 있다. 또한, 탄소 나노튜브는 낮은 열팽창 계수를 가지고 상승된 온도 하의 제한된 조건에서도 유연성을 유지한다.
- [0031] 실용적이고 간단한 통합 및/또는 패키징으로 제어된 방식으로 탄소 나노튜브를 경제적으로 제공하는 것은 많은 탄소 나노튜브 기술을 구현하기 위해 필수적이다. 탁월한 순도 및 균일한 길이를 갖는 대량의 탄소 나노튜브를 제공하는 장치 및 방법이 본 발명에 의해 제공된다. 본 발명에서 합성된 CNT는 높은 비용의 합성 후 정제를 필요로 하지 않는다.
- [0032] 본 방법의 일반적인 특징은 다음과 같다. 먼저, 금속 촉매가 표면 상에 코팅되고 기판이 고온으로 가열된다. 이어서 기판 상에 촉매의 나노입자를 제공하도록 고온에서 기판의 표면 상에 촉매가 코팅되며, 이는 CNT 합성을 위한 개시 부위로서의 역할을 한다. CNT는 촉매에 탄소원을 공급함으로써 합성된다. 따라서, 탄소원과 캐리어 기체의 혼합물이 촉매로 코팅된 가열된 기판이 포함된 챔버 내로 유입되어 CNT가 부착된 기판을 제공한다. 마지막으로, 합성된 CNT가 기판으로부터 추출되어 수집된다. 선택적으로, 촉매로 코팅된 기판이 재생된다.
- [0033] 일부 실시예에서, 촉매는 스퍼터링, 증발, 딥 코팅, 인쇄 스크리닝, 전기분무, 스프레이 열분해 또는 잉크젯 인쇄에 의해 기판 상에 증착된다. 이어서 촉매가 화학적으로 에칭되거나 열적으로 어닐링되어 촉매 입자 핵생성을 유도할 수 있다. 촉매의 선택은 다중 벽 CNT보다 단일 벽 CNT의 우선적 성장으로 이어질 수 있다.
- [0034] 일부 실시예에서, 촉매는 촉매의 용액에 기판을 침지시키는 단계에 의해 기판 상에 증착된다. 다른 실시예에서, 수성 또는 유기 용매 물 중의 촉매 용액의 농도는 약 0.01% 내지 약 20%이다. 또 다른 실시예에서, 수성 또는 유기 용매 물 중의 촉매 용액의 농도는 약 0.1% 내지 약 10%이다. 또 다른 실시예에서, 수성 또는 유기 용매 물 중의 촉매 용액의 농도는 약 1% 내지 약 5%이다.
- [0035] CNT가 제조되는 챔버의 온도는 기판의 용융 온도보다 낮고, 탄소원의 분해 온도보다 낮으며, 촉매 원료의 분해 온도보다 높아야 한다. 다중 벽 탄소 나노튜브를 성장시키기 위한 온도 범위는 약 600℃ 내지 약 900℃인 반면, 단일 벽 CNT를 성장시키기 위한 온도 범위는 약 700℃ 내지 약 1100℃이다.
- [0036] 일부 실시예에서, CNT는 CNT의 성장을 위해 금속 촉매를 함유하는 기판 상의 화학적 기상 증착에 의해 형성된다. 일정하게 이동하는 기판 상의 연속적인 CNT 형성은 CNT가 균일한 길이를 가질 수 있게 한다는 점에 주목하는 것이 중요하다. 전형적인 공급 원료는 일산화탄소, 아세틸렌, 알코올, 에틸렌, 메탄, 벤젠 등을 포함

하지만 이것으로 제한되지는 않는다. 캐리어 기체는 예를 들어 아르곤, 헬륨 또는 질소와 같은 불활성 기체인 반면, 수소는 전형적인 환원 기체이다. 기체 혼합물의 조성 및 기관 노출 기간은 합성된 CNT의 길이를 조절한다. 예를 들어 전술된 물리적 기상 증착 방법, Nikolaev 외 다수, Chemical Physics Letter, 1999, 105, 10249-10256의 방법, 분무 분사 열분해(Rao 외 다수, Chem. Eng. Sci. 59, 466, 2004)와 같은 당업자에게 공지된 다른 방법이 본 명세서에 기술된 방법 및 장치에 사용될 수 있다. 당업자에게 잘 알려진 조건은 위의 방법 중 임의의 방법을 사용하여 탄소 나노튜브를 제조하는데 사용될 수 있다.

[0037] 이제 도 1을 참조하면, 탄소 나노튜브를 합성하기 위한 방법이 제공된다. 이 방법은 도 1에 도시된 바와 같이 개별 단계로 수행될 수 있다. 당업자는 단계의 임의의 조합이 원하는 경우 연속적으로 수행될 수 있음을 이해할 것이다. 단계(102)에서 촉매가 기관 상에 증착되고, 단계(104)에서 탄소 나노튜브가 기관 상에 형성되고, 단계(106)에서 탄소 나노튜브는 기관으로부터 분리되며, 단계(108)에서 탄소 나노튜브가 수집된다.

[0038] 이제 도 2를 참조하면, 탄소 나노튜브를 합성하기 위한 다른 방법이 제공된다. 이 방법은 도 2에 도시된 바와 같이 개별 단계로 수행될 수 있다. 당업자는 원한다면 단계의 임의의 조합이 원하는 경우 연속적으로 수행될 수 있음을 이해할 것이다. 단계(202)에서 이미 촉매를 함유하는 기관 상에 탄소 나노튜브가 형성되고, 단계(204)에서 탄소 나노튜브가 기관으로부터 분리되며 단계(206)에서 탄소 나노튜브가 수집된다.

[0039] 이제 도 3을 참조하면, 탄소 나노튜브를 합성하기 위한 다른 방법이 제공된다. 이 방법은 연속적으로 수행된다. 단계(302)에서 촉매가 이동하는 기관 상에 연속적으로 증착되고, 단계(304)에서 이동하는 기관 상에 탄소 나노튜브가 연속적으로 형성되고, 단계(306)에서 탄소 나노튜브가 기관으로부터 연속적으로 분리되며 단계(308)에서 탄소 나노튜브가 연속적으로 수집된다. 기관은 본 명세서에서 기술된 단계들을 통해서 한번 또는 선택적으로 다수, 예를 들어 50회 초과, 1,000회 초과 또는 100,000회 초과로 순환될 수 있다.

[0040] 이제 도 4를 참조하면, 탄소 나노튜브를 합성하기 위한 다른 방법이 제공된다. 이 방법은 도시된 바와 같이 연속적으로 수행된다. 단계(402)에서 이미 촉매를 함유하는 이동하는 기관 상에 탄소 나노튜브가 연속적으로 형성되고, 단계(404)에서 탄소 나노튜브가 기관으로부터 연속적으로 분리되며, 단계(406)에서 탄소 나노튜브가 연속적으로 수집된다. 일부 실시예에서, 기관은 증착, 형성 및 분리 단계를 통해 50회 초과, 1,000회 초과 또는 100,000회 초과로 순환된다.

[0041] 이동하는 기관 상의 CNT의 증착은 높은 순도 및 높은 길이 균일성 모두를 갖는 CNT를 제공한다. 또한, 공정 조건을 제어하는 것은 CNT 길이의 커스토마이징을 가능하게 한다. 예를 들어, 생산 공정을 통한 이동하는 기관의 속도 변화는 CNT 길이를 수정하고; CNT 증착 모듈을 빠른 속도로 통과하는 것은 더 짧은 길이의 CNT를 생산하는 반면 더 느린 속도는 더 긴 길이의 CNT를 생산한다.

[0042] 일부 실시예에서, 기관은 금속 호일로 완전히 커버된다. 이들 실시예에서, 기관은 촉매 증착 및 CNT 합성 조건에 안정한 임의의 재료일 수 있다. 다수의 이러한 재료는 당업자에게 공지되어 있으며, 예를 들어 탄소 섬유, 탄소 호일, 실리콘, 석영 등을 포함한다. 다른 실시예에서, 기관은 본 명세서에 기술된 방법의 다양한 단계를 통해 연속적으로 진행될 수 있는 금속 호일이다.

[0043] 일부 실시예에서, 금속 호일의 두께는 10 μ m보다 크다. 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 약 10 μ m 내지 약 500 μ m이다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 약 500 μ m 내지 약 2000 μ m이다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 약 0.05 μ m 내지 약 100cm이다. 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 약 0.05 μ m 내지 약 100cm이다. 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 약 0.05mm 내지 약 5mm이다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 약 0.1mm 내지 약 2.5mm이다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 약 0.5mm 내지 약 1.5mm이다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 약 1mm 내지 약 5mm이다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 약 0.05mm 내지 약 1mm이다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 약 0.05mm 내지 약 0.5mm이다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 약 0.5mm 내지 약 1mm이다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 약 1mm 내지 약 2.5mm이다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 약 2.5mm 내지 약 5mm이다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 약 100 μ m 내지 약 5mm이다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 약 10 μ m 내지 약 5mm이다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 100 μ m보다 크다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일의 두께는 100 μ m 미만이다.

[0044] 일부 실시예에서, 금속 호일은 철, 니켈, 알루미늄, 코발트, 구리, 크롬, 금, 은, 백금, 팔라듐 또는 이들의 조합을 포함한다. 다른 실시예에서, 금속 호일은 철, 니켈, 코발트, 구리, 금 또는 이들의 조합을 포함한다. 일부 실시예에서, 금속 호일은 예를 들어 페로센, 코발토센 또는 니켈로센과 같은 오가노메탈로센으로 코팅될 수 있

다.

- [0045] 일부 실시예에서, 금속 호일은 철, 니켈, 코발트, 구리, 크롬, 알루미늄, 금 또는 이들의 조합 중 둘 이상의 합금이다. 다른 실시예에서, 금속 호일은 철, 니켈, 코발트, 구리, 금 또는 이들의 조합 중 둘 이상의 합금이다.
- [0046] 일부 실시예에서, 금속 호일은 고온 금속 합금이다. 다른 실시예에서, 금속 호일은 스테인레스 스틸이다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일은 촉매가 탄소 나노튜브를 성장시키기 위해 증착되는 고온 금속 합금이다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일은 탄소 나노튜브를 성장시키기 위해 촉매가 증착되는 스테인레스 스틸이다.
- [0047] 일부 실시예에서, 금속 호일은 400℃보다 높은 온도에서 열적으로 안정한 금속 또는 금속들의 조합이다. 다른 실시예에서, 금속 호일은 500℃ 초과, 600℃ 초과, 700℃ 초과 또는 1000℃ 초과 온도에서 열적으로 안정한 금속 또는 금속들의 조합이다. 상기 실시예들 중 일부에서, 금속의 조합은 스테인레스 스틸이다.
- [0048] 일부 실시예에서, 금속 호일은 약 100 μ m 미만의 두께 및 약 250nm 미만의 표면 평균 제곱근 거칠기를 가진다. 일부 실시예에서, 금속 호일은 약 100 μ m 초과 두께 및 약 250nm 미만의 표면 평균 제곱근 거칠기를 가진다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일은 약 100 μ m 미만의 두께 및 약 250nm 미만의 표면 평균 제곱근 거칠기를 가지며 철, 니켈, 코발트, 구리, 금 또는 이들의 조합을 포함한다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일은 약 100 μ m 초과 두께 및 약 250nm 미만의 표면 평균 제곱근 거칠기를 가지며 철, 니켈, 코발트, 구리, 금 또는 이들의 조합을 포함한다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일은 약 100 μ m 미만의 두께 및 약 250nm 미만의 표면 평균 제곱근 거칠기를 가지며 촉매 필름을 포함한다. 또 다른 실시예에서, 금속 호일은 약 100 μ m 초과 두께 및 약 250nm 미만의 표면 평균 제곱근 거칠기를 가지며 촉매 필름을 포함한다. 상기 실시예 중 일부에서, 평균 제곱근 거칠기는 약 100nm 미만이다.
- [0049] 일부 실시예에서, 기관은 상기 방법의 단계를 통해 0.1cm/분보다 높은 속도로 연속적으로 전진한다. 다른 실시예에서, 기관은 상기 방법의 단계를 통해 0.05cm/분보다 높은 속도로 연속적으로 진행한다. 다른 실시예에서, 기관은 상기 방법의 단계를 통해 0.01cm/분보다 높은 속도로 연속적으로 진행한다. 또 다른 실시예에서, 기관은 증착, 형성, 분리 및 수집 단계를 통해 10회 초과, 50회 초과, 1,000회 초과 또는 100,000회 초과로 순환된다.
- [0050] 일부 실시예에서, 기관은 약 1cm보다 넓다. 다른 실시예에서, 기관은 1m, 10m, 100m, 1,000m 또는 10,000m보다 큰 길이를 갖는다. 이들 실시예 중 일부에서, 기관은 금속 호일이다.
- [0051] 일부 실시예에서, 탄소 나노튜브는 기관의 모든 면 상에 형성된다. 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브는 금속 호일의 양면에 형성된다.
- [0052] 일부 실시예에서, 기관 상에 증착된 촉매의 농도는 약 0.001% 내지 약 25%이다. 다른 실시예에서, 기관 상에 증착된 촉매의 농도는 약 0.1% 내지 약 1%이다. 또 다른 실시예에서, 기관 상에 증착된 촉매의 농도는 약 0.5% 내지 약 20%이다.
- [0053] 일부 실시예에서, 기관 상의 탄소 나노튜브의 농도는 μ m 당 약 1 나노튜브 내지 μ m 당 약 50 나노튜브이다. 다른 실시예에서, 기관 상의 탄소 나노튜브의 농도는 μ m 당 약 10 나노튜브 내지 μ m 당 약 500 나노튜브이다.
- [0054] 일부 실시예에서, CNT는 기관의 표면으로부터 CNT를 기계적으로 제거함으로써 기관으로부터 분리된다. 다른 실시예에서, 기관으로부터의 CNT의 분리는 기계적 툴(예를 들어, 블레이드, 연마 표면 등)을 이용하여 기관의 표면으로부터 CNT를 제거하는 것을 포함하고 그에 따라 금속 불순물이 거의 또는 전혀 없는 고순도 CNT를 생성하는 것을 포함하며, 이는 추가 정제를 필요로 하지 않는다. 또 다른 실시예에서, 기관으로부터 CNT의 분리는 기관에 대한 CNT의 접착을 방해하는 화학적 방법을 포함한다. 또 다른 실시예에서, 초음파 처리는 기관에 대한 CNT의 접착을 방해한다. 또 다른 실시예에서, 가압 기체 흐름은 기관에 대한 CNT의 접착을 방해한다. 기관 상에 CNT를 증착하고 기관으로부터 CNT를 분리하는 조합은 촉매 및 비정질 탄소 불순물 없이 균일한 길이의 CNT 생산물을 발생시킨다.
- [0055] CNT는 예를 들어 개방 용기, 와이어 메쉬 스크린, 고체 표면, 여과 장치 등과 같은 임의의 편리한 물체 내에 또는 그 위에 수집될 수 있다. 수집 장치의 선택은 기관에 대한 CNT의 접착을 방해하는데 사용되는 방법과 관련될 것이다.
- [0056] 일부 실시예에서, 탄소 나노튜브는 무작위로 정렬된다. 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브는 수직으로 정렬된다. 또 다른 실시예에서, 균일한 길이는 평균 약 50 μ m, 약 100 μ m, 약 150 μ m 또는 약 200 μ m이다. 또 다른 실시예에서, 균일한 길이는 50 μ m 내지 2cm의 범위일 수 있다. 일반적으로 균일한 길이는 언급된 길이의 약 $\pm$ 10%이다. 따라서, 약 100 μ m의 균일한 길이를 갖는 샘플은 90 μ m 내지 110 μ m 사이의 길이의 나노튜브를 포함할 것

이다. 또 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브는 수직으로 정렬되고 균일한 길이를 갖는다.

- [0057] 일부 실시예에서, 탄소 나노튜브의 밀도는 약 $2\text{mg}/\text{cm}^2$ 내지 약 $1\text{mg}/\text{cm}^2$ 이다. 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브의 밀도는 약 $2\text{mg}/\text{cm}^2$ 내지 약 $0.2\text{mg}/\text{cm}^2$ 이다.
- [0058] 일부 실시예에서, 수직으로 정렬된 탄소 나노튜브는 약 50 W/mK 보다 큰 열 전도성을 갖는다. 다른 실시예에서, 수직 정렬된 탄소 나노튜브는 약 70 W/mK 보다 큰 열 전도성을 갖는다.
- [0059] 일부 실시예에서, 수직으로 정렬된 탄소 나노튜브의 두께는 약 $100\mu\text{m}$ 내지 약 $500\mu\text{m}$ 이다. 다른 실시예에서, 수직으로 정렬된 탄소 나노튜브의 두께는 약 $100\mu\text{m}$ 미만이다.
- [0060] 일부 실시예에서, 탄소 나노튜브는 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 큰 순도를 갖는다. 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브는 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 높은 순도 및 약 $10\mu\text{m}$, 약 $20\mu\text{m}$, 약 $50\mu\text{m}$, 약 $100\mu\text{m}$, 약 $150\mu\text{m}$ 또는 약 $200\mu\text{m}$ 의 균일한 길이를 갖는다. 또 다른 실시예에서, 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 큰 순도 및 약 $50\mu\text{m}$, 약 $100\mu\text{m}$, 약 $150\mu\text{m}$ 또는 약 $200\mu\text{m}$ 의 균일한 길이를 갖는 탄소 나노튜브가 수직 정렬된다.
- [0061] 일부 실시예에서, 탄소 나노튜브의 인장 강도는 약 11GPa 내지 약 63GPa 이다. 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브의 인장 강도는 약 20GPa 내지 약 63GPa 이다. 또 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브의 인장 강도는 약 30GPa 내지 약 63GPa 이다. 또 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브의 인장 강도는 약 40GPa 내지 약 63GPa 이다. 또 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브의 인장 강도는 약 50GPa 내지 약 63GPa 이다. 또 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브의 인장 강도는 약 20GPa 내지 약 45GPa 이다.
- [0062] 일부 실시예에서, 탄소 나노튜브의 탄성률은 약 1.3TPa 내지 약 5TPa 이다. 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브의 탄성률은 약 1.7TPa 내지 약 2.5TPa 이다. 또 다른 실시예에서, 탄소 나노튜브의 탄성률은 약 2.7TPa 내지 약 3.8TPa 이다.
- [0063] 이제 도 5를 참조하면, CNT를 연속적으로 합성하기 위한 장치가 제공된다. 수송 모듈은 기관(506)에 의해 연결된 드럼(501A 및 501B)을 포함한다. 기관(506)은 드럼(501A)으로부터 촉매 모듈(502), 나노튜브 합성 모듈(503) 및 분리 모듈(504)을 통해 드럼(501B)으로 연속적으로 이동한다. 네이브 기관(506A)은 촉매를 함유하는 기관(506B)을 제공하도록 촉매 모듈(502)에 의해 변형된다는 점에 주목한다. 일부 실시예에서, 촉매 모듈(502)은 기관(506A)이 침지되는 촉매 용액이다. 탄소 나노튜브는 나노튜브 합성 모듈(503)을 통한 수송 중에 기관(506B) 상에 연속적으로 형성되어 탄소 나노튜브를 포함하는 기관(506C)을 생성한다. 일부 실시예에서, 나노튜브 합성 모듈(503)은 CVD 챔버이다. 기관(506C)은 분리 모듈(504)에 의해 연속적으로 처리되고 부착된 탄소 나노튜브를 스트리핑하여 기관(506A)을 생성한 다음 드럼(50B)에 의해 수집된다. 일부 실시예에서, 분리 모듈(504)은 기관(506C)으로부터 새롭게 형성된 CNT를 기계적으로 판단하는 블레이드를 포함한다. 기관(506C)으로부터 제거된 탄소 나노튜브는 수집 모듈(505)에서 공정(506D)에 의해 연속적으로 수집된다는 점에 주목한다. 일부 실시예에서, 수집 모듈(505)은 분리 모듈(504)에 의해 기관 표면으로부터 분리된 CNT를 수집하기에 적절하게 위치한 빈 용기이다. 위의 실시예에서, 기관(506)은 생산 실행 중에 재활용되지 않는다.
- [0064] 이제 도 6을 참조하면, CNT를 연속적으로 합성하기 위한 다른 장치가 개략적으로 도시된다. 수송 모듈은 기관(606)에 의해 연결된 드럼(601A 및 601B)을 포함한다. 기관(606)은 촉매 모듈(602), 나노튜브 합성 모듈(603) 및 분리 모듈(604)을 통해 드럼(601A)으로부터 드럼(601B)으로 연속적으로 이동한다. 네이브 기관(606A)은 촉매를 함유하는 기관(606B)을 제공하도록 촉매 모듈(602)에 의해 변형된다는 점에 주목한다. 일부 실시예에서, 촉매 모듈(502)은 기관(606A)이 침지되는 촉매 용액이다. 탄소 나노튜브는 나노튜브 합성 모듈(603)을 통한 수송 중에 기관(606B) 상에 연속적으로 형성되어 기관(506C)을 생성한다. 일부 실시예에서, 나노튜브 합성 모듈(603)은 CVD 챔버이다. 기관(606C)은 분리 모듈(604)에 의해 연속적으로 처리되고 부착된 탄소 나노튜브를 스트리핑하여 기관(606A)을 생성한 다음 드럼(60B)에 의해 수집된다. 일부 실시예에서, 분리 모듈(604)은 기관(606C)으로부터 새롭게 형성된 CNT를 기계적으로 판단하는 블레이드를 포함한다. 기관(606C)으로부터 제거된 탄소 나노튜브는 수집 모듈(605)에서 공정(606D)에 의해 연속적으로 수집된다는 점에 주목한다. 일부 실시예에서, 수집 모듈(605)은 분리 모듈(604)에 의해 기관 표면으로부터 분리된 CNT를 수집하기에 적절하게 위치한 빈 용기이다. 위의 실시예에서, 기관은 생산 실행을 통해 적어도 한 번 재순환된다.
- [0065] 상기 실시예들 중 다수가 나노튜브를 연속적으로 합성하는 것으로 기술되었지만, 당업자는 본 명세서에 기술된 방법 및 장치가 불연속적으로 실시될 수 있음을 이해할 것이다.
- [0066] 도 7은 예시적인 분리 모듈을 개략적으로 도시한다. 드럼(704)은 촉매 모듈(도시되지 않음) 및 탄소 나노튜브 증착 모듈(도시되지 않음)에 의해 처리되고 탄소 나노튜브로 커버된 기관(701)을 툴(700)로 진행시키고, 이는

탄소 나노튜브(702)를 제거하여 탄소 나노튜브가 없는 기관(703)을 제공한다. 일부 실시예에서, 튜(700)은 절단 블레이드이다. 기관(703)은 드럼(705)에 의해 수집된다. 탄소 나노튜브(702)는 용기(706)에 수집된다. 도시된 바와 같이, 기관(701)은 한 면에만 탄소 나노튜브로 코팅된다. 당업자는 나노튜브가 기관의 양 면에서 성장될 수 있고, 양 면이 코팅된 기관이 전술한 것과 유사한 방식으로 처리될 수 있음을 이해할 것이다.

[0067] 도 8은 촉매를 함유하는 다중 기관(801)을 포함하는 나노튜브 합성 모듈에 사용될 수 있는 예시적인 직사각형 석영 챔버(800)의 수평도를 도시한다. 도 9는 촉매를 함유하는 다수의 기관(901)을 포함하는 나노튜브 합성 모듈에 사용될 수 있는 예시적인 직사각형 석영 챔버(900)의 사시도를 도시한다. 석영 챔버는 캐리어 기체 및 탄소 공급 원료를 위한 샤워 헤드(도시되지 않음)를 포함하고 CNT를 형성하기에 충분한 온도에서 가열될 수 있다. 일부 실시예에서, 챔버는 0.2인치보다 큰 내부 챔버 두께를 갖는다. 다른 실시예들에서, 기관보다 많은 것이 챔버에 의해 동시에 처리된다.

[0068] CNT는 예를 들어 라만, 분광법, UV, 가시광선, 근적외선 분광법, 형광 및 X-선 광전자 분광법, 열중량 분석, 원자력 현미경, 스캐닝 터널링, 현미경, 스캐닝 전자 현미경 및 터널링 전자 현미경을 포함하는 다수의 기술에 의해 특징지어질 수 있다. 상기 모두가 아니라면, 다수의 조합이 탄소 나노튜브를 완전히 특징화하기에 충분하다.

[0069] 일반적으로, 그래핀 나노리본은 산 산화(예를 들어, Kosynkin 외 다수, Nature, 2009, 458, 872; Higginbotham 외 다수, ACS Nano, 210, 4, 2596; Cataldo 외 다수, Carbon, 2010, 48, 2596; Kang 외 다수, J. Mater. Chem., 2012, 22, 16283; 및 Dhakate 외 다수, Carbon 2011, 49, 4170), 플라즈마 에칭(예를 들어, Jiao 외 다수, Nature, 2009, 458, 877; Mohammadi 외 다수, Carbon, 2013, 52, 451; 및 Jiao 외 다수, Nano Res 2010, 3, 387), 이온 삽입(예를 들어, Cano-Marques 외 다수, Nano Lett. 2010, 10, 366), 금속 입자 촉매(예를 들어, Elias 등, Nano Lett. Nano Lett., 2010, 10, 366; 및 Parashar 외 다수, Nanaoscale, 2011, 3, 3876), 수소화(Talyzin 외 다수, ACS Nano, 2011, 5, 5132) 및 음화학(Xie 외 다수, J. Am. Chem. Soc. 2011, DOI: 10.1021/ja203860)를 포함하지만 이것으로 제한되지 않는 당업계에 공지된 통상적인 방법에 의해 CNT로부터 제조될 수 있다. 상기 방법 중 임의의 방법이 본 명세서에 기술된 CNT로부터 그래핀 나노리본을 제조하도록 사용될 수 있다. 이제 도 14를 참조하면, 본 명세서의 전자 현미경 사진은 본 명세서에 기술된 방법에 의해 생산된 고순도의 그래핀 나노리본을 예시한다.

[0070] 그래핀 나노플레이틀렛은 CNT로부터 생산된 GNR의 추가 산화에 의해 CNT로부터 생산될 수 있다. 따라서, 당업자는 본 명세서에 기술된 바와 같은 GNP의 생산이 GNR의 중개를 통해 진행됨을 이해할 것이다. 예를 들어, GNP는 고온 및/또는 더 긴 반응 시간에서 산 산화에 의해 또는 고온에서 또는 더 많은 강제 조건 하에서 플라즈마 에칭에 의해 GNR로부터 제조될 수 있다. 이제 도 16을 참조하면, 본원의 전자 현미경 사진은 본 명세서에 기술된 방법에 의해 생성된 높은 순도의 그래핀 나노플레이틀렛을 예시한다.

[0071] 그래핀 나노플레이틀렛 및 그래핀 나노리본의 혼합물이 또한 본 명세서에 제공된다. 이러한 혼합물은 그래핀 나노리본의 그래핀 나노플레이틀렛으로의 불완전한 산화에 의해 또는 순수한 그래핀 나노리본과 그래핀 나노플레이틀렛을 혼합함으로써 제공될 수 있다. 이제 도 15를 참조하면, 본 명세서의 전자 현미경 사진은 본 명세서에 기술된 방법에 의해 생산된 나노리본과 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물의 높은 순도를 나타낸다. 그래핀 나노리본 및 그래핀 나노플레이틀렛의 모든 혼합물이 본 명세서에서 구상된다. 따라서, 혼합물은 약 0.001% 그래핀 나노리본과 약 99.999% 그래핀 나노플레이틀렛 내지 약 99.999% 그래핀 나노리본과 약 0.0001% 그래핀 나노플레이틀렛의 범위일 수 있다.

[0072] 일부 실시예에서, 1%의 그래핀 나노리본과 약 99%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 다른 실시예에서, 5%의 그래핀 나노리본과 약 95%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 10%의 그래핀 나노리본과 약 90%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 20%의 그래핀 나노리본과 약 80%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 30%의 그래핀 나노리본과 약 70%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 40%의 그래핀 나노리본과 약 60%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 50%의 그래핀 나노리본과 약 50%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 60%의 그래핀 나노리본과 약 40%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 70%의 그래핀 나노리본과 약 30%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 80%의 그래핀 나노리본과 약 20%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 90%의 그래핀 나노리본과 약 10%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 95%의 그래핀 나노리본과 약 5%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다.

또 다른 실시예에서, 99%의 그래핀 나노리본과 약 1%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다.

- [0073] 일부 실시예에서, 그래핀 나노리본의 균일한 길이는 평균 약 $10\mu\text{m}$, 약 $20\mu\text{m}$, 약 $50\mu\text{m}$, 약 $100\mu\text{m}$, 약 $150\mu\text{m}$ 또는 약 $200\mu\text{m}$ 이다. 다른 실시예에서, 균일한 길이는 $50\mu\text{m}$ 내지 2cm 의 범위일 수 있다. 일반적으로, 균일한 길이는 언급된 길이의 약 $\pm 10\%$ 이다. 따라서, 약 $100\mu\text{m}$ 의 균일한 길이를 갖는 샘플은 $90\mu\text{m}$ 내지 $110\mu\text{m}$ 의 길이의 GNR을 포함할 것이다.
- [0074] 일부 실시예에서, 그래핀 나노리본은 평균 약 $10\mu\text{m}$, 약 $20\mu\text{m}$, 약 $50\mu\text{m}$, 약 $100\mu\text{m}$, 약 $150\mu\text{m}$ 또는 약 $200\mu\text{m}$ 인 균일한 길이를 갖는 탄소 나노튜브로 제조된다.
- [0075] 일부 실시예에서, 그래핀 나노리본은 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 높은 순도를 갖는다. 다른 실시예에서, 그래핀 나노리본은 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 높은 순도 및 약 $10\mu\text{m}$, 약 $20\mu\text{m}$, 약 $50\mu\text{m}$, 약 $100\mu\text{m}$, 약 $150\mu\text{m}$ 또는 약 $200\mu\text{m}$ 의 균일한 길이를 갖는다.
- [0076] 일부 실시예에서, 그래핀 나노플레이틀렛의 균일한 길이는 평균 약 $10\mu\text{m}$, 약 $20\mu\text{m}$, $50\mu\text{m}$, 약 $100\mu\text{m}$, 약 $150\mu\text{m}$ 또는 약 $200\mu\text{m}$ 이다. 다른 실시예에서, 균일한 길이는 $50\mu\text{m}$ 내지 2cm 의 범위일 수 있다. 일반적으로, 균일한 길이는 언급된 길이의 약 $\pm 10\%$ 이다. 따라서, 약 $100\mu\text{m}$ 의 균일한 길이를 갖는 샘플은 $90\mu\text{m}$ 내지 $110\mu\text{m}$ 의 길이의 나노튜브를 포함할 것이다.
- [0077] 일부 실시예에서, 그래핀 나노플레이틀렛은 평균 약 $10\mu\text{m}$, 약 $20\mu\text{m}$, 약 $50\mu\text{m}$, 약 $100\mu\text{m}$, 약 $150\mu\text{m}$ 또는 약 $200\mu\text{m}$ 의 균일한 길이를 갖는 탄소 나노튜브로부터 제조된다.
- [0078] 일부 실시예에서, 그래핀 나노플레이틀렛은 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 높은 순도를 갖는다. 다른 실시예에서, 그래핀 나노리본은 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 높은 순도 및 약 $50\mu\text{m}$, 약 $100\mu\text{m}$, 약 $150\mu\text{m}$ 또는 약 $200\mu\text{m}$ 의 균일한 길이를 갖는다.
- [0079] 일부 실시예에서, 1%의 그래핀 나노리본과 약 99%의 그래핀 나노플레이틀렛이 제공된다. 다른 실시예에서, 5%의 그래핀 나노리본과 약 95%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 10%의 그래핀 나노리본과 약 90%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 20%의 그래핀 나노리본과 약 80%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 30%의 그래핀 나노리본과 약 70%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 40%의 그래핀 나노리본과 약 60%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 50%의 그래핀 나노리본과 약 50%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 60%의 그래핀 나노리본과 약 40%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 70%의 그래핀 나노리본과 약 30%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 80%의 그래핀 나노리본과 약 20%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 90%의 그래핀 나노리본과 약 10%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 95%의 그래핀 나노리본과 약 5%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다. 또 다른 실시예에서, 99%의 그래핀 나노리본과 약 1%의 그래핀 나노플레이틀렛의 혼합물이 제공된다.
- [0080] 당업자는 혼합물 내의 그래핀 나노리본 및 그래핀 나노플레이틀렛이 순수한 그래핀 나노리본 및 그래핀 나노플레이틀렛에 대해 전술된 동일한 순도 및/또는 균일한 길이를 가질 수 있음을 이해할 것이다. 일부 실시예에서, 그래핀 나노리본 및 그래핀의 혼합물은 동일한 순도 및 동일한 균일한 길이를 갖는다. 다른 실시예에서, 그래핀 나노리본 및 그래핀의 혼합물은 서로 다른 순도 및 동일한 균일한 길이를 갖는다. 또 다른 실시예에서, 그래핀 나노리본 및 그래핀의 혼합물은 동일한 순도 및 서로 다른 길이를 갖는다.
- [0081] 순도 및 예를 들어 그래핀 나노리본 및 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물의 길이 및 폭과 같은 구조적 균일성은 생산품을 함유하는 높은 성능과 우월한 품질의 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물을 일정하게 제공하기 위해 규칙성을 만드는데 필수적이다. 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물의 사용의 일부 예시는 중합체 복합체의 충전재, 금속 표면 상의 보호 코팅, (금속 표면의 마모 감소, 마찰 계수 감소로 이어짐) 윤활제 첨가제, 조영제, 나노일렉트로닉스, 트랜지스터 재료, 투명 전도성 필름, 센서, EV 용 Li-이온 배터리를 포함하는 배터리용 전극 재료 및 슈퍼커패시터이다.
- [0082] 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 유용한 오일 및 윤활제 첨가제이다. 일부 실시예에서, 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 큰 순도의 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 윤활제 또는 오일에 첨가될 때 안정적인 현탁액을 형성한다. 다른 실시예에서, 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 큰 순도 및 약 $50\mu\text{m}$, 약 $100\mu\text{m}$, 약 $150\mu\text{m}$ 또는 약 $200\mu\text{m}$ 의 균일한 길이를 갖는 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 윤활제 또는 오일에 첨가될 때 안정적인 현탁액을 형성

한다.

- [0083] 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 윤활제 또는 오일 첨가제로서 사용될 때 마찰 계수를 0.07 미만으로 감소시킨다. 일부 실시예에서, 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 높은 순도를 갖는 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 윤활제 또는 오일의 마찰 계수를 0.07 미만으로 감소시킨다. 다른 실시예에서, 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 높은 순도 및 약 50 μ m, 약 100 μ m, 약 150 μ m 또는 약 200 μ m의 균일한 길이를 갖는 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 윤활제 또는 오일의 마찰 계수를 0.07 미만으로 감소시킨다.
- [0084] 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 윤활제 또는 오일 첨가제로서 사용될 때 마찰 계수를 0.05 미만으로 감소시킨다. 일부 실시예에서, 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 높은 순도의 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 윤활제 및 오일에서의 마찰 계수를 0.07 미만으로 감소시킨다. 다른 실시예에서, 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 큰 순도 및 약 50 μ m, 약 100 μ m, 약 150 μ m 또는 약 200 μ m의 균일한 길이를 갖는 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 윤활제 및 오일의 마찰 계수를 0.05 미만으로 감소시킨다.
- [0085] 윤활제 또는 오일 첨가제로서 사용될 때 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 연료 소비를 개선시킨다. 일부 실시예에서, 윤활제 또는 오일 첨가제로서 사용될 때 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 높은 순도의 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 연료 소비를 3% 초과, 5% 초과, 10% 초과 또는 20% 초과만큼 개선한다. 다른 실시예에서, 윤활제 또는 오일 첨가제로서 사용될 때 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 큰 순도 및 약 50 μ m, 약 100 μ m, 약 150 μ m EH는 약 200 μ m의 균일한 길이를 갖는 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 연료 소비를 3% 초과, 5% 초과, 10% 초과 또는 20% 초과만큼 개선한다.
- [0086] 윤활제 또는 오일 첨가제로서 사용될 때 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 연기 및/또는 NOx 방출을 감소시킨다. 일부 실시예에서, 윤활제 또는 오일 첨가제로서 사용될 때 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 높은 순도를 갖는 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 연기 및/또는 NOx 방출을 감소시킨다. 다른 실시예에서, 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 큰 순도 및 약 50 μ m, 약 100 μ m, 약 150 μ m 또는 약 200 μ m의 균일한 길이를 갖는 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 윤활제 또는 오일 첨가제로 사용될 때 연기 및/또는 NOx 방출을 감소시킨다.
- [0087] 그래핀 첨가제를 포함하는 윤활제 또는 오일은 마찰을 감소시키고, 주행 거리를 증가시키고, 엔진 수명을 연장하고, 마력 및 가속도를 증가시키고, 엔진 소음을 감소시키며 연비를 향상시킨다. 이론에 구속되지 않고, 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물을 포함하는 윤활제는 모든 이동하는 성분을 유체의 보호 필름으로 코팅한다. 그래핀 첨가제의 극도의 기계적 강도는 과도한 마모로부터 이동하는 부품을 보호하는데 매우 중요하다.
- [0088] 일부 실시예에서, 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 윤활제 또는 오일 첨가제로서 사용될 때 엔진 마모를 감소시킨다. 다른 실시예에서, 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 윤활제 또는 오일 첨가제로서 사용될 때 엔진 수명을 개선시킨다. 이론에 구속되지 않고, 윤활제 또는 오일 첨가제로서 사용될 때 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 엔진 구성요소 상에 엔진 마모를 감소시키고/시키거나 엔진 수명을 증가시키는 보호 코팅을 형성할 수 있다. 일부 실시예에서, 윤활제 또는 오일 첨가제로서 사용될 때 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 높은 순도를 갖는 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 엔진 마모를 감소시키고/시키거나 엔진 수명을 증가시킨다. 다른 실시예에서, 순도 90%, 95%, 99%, 99.5% 또는 99.9%보다 큰 순도 및 약 50 μ m, 약 100 μ m, 약 150 μ m 또는 약 200 μ m의 균일한 길이를 갖는 그래핀 나노리본, 그래핀 나노플레이틀렛 또는 이들의 혼합물은 윤활제 또는 오일에 첨가제로 사용될 때 엔진 마모를 감소시키고/시키거나 엔진 수명을 증가시킨다.
- [0089] 마지막으로, 본 발명을 구현하는 대안적인 방법이 있음에 주목해야 한다. 따라서, 본 실시예는 예시적이고 비제한적인 것으로 간주되고, 본 발명은 본 명세서에 제공된 세부사항으로 제한되지 않고 첨부된 청구범위의 범위 및 등가물 내에서 수정될 수 있다.
- [0090] 본 명세서에 인용된 모든 공보 및 특허는 그 전체이 참조로서 포함된다.
- [0091] 아래의 예는 단지 예시의 목적으로 제공되며 본 발명의 범위를 제한하려는 것은 아니다.

[0092] **예시 1: 다중 벽 CNT의 열중량 분석**

[0093] CNT의 탄소 순도 및 열 안정성은 열중량 분석기(TGA), TA 기기, Q500를 이용하여 검사되었다. 샘플은 공기 대기(Praxair AI NDK) 하에서 10℃/분의 속도로 온도에서 900℃로 가열되고 냉각 전에 900℃에서 10분 동안 유지되었다. 탄소 순도는 (모든 탄소질 재료의 중량)/(모든 탄소질 재료의 중량 + 촉매의 중량)으로 정의된다. 변곡점은 열 분해가 최대값에 도달하는 온도이다. 시작점은 고온으로 인해 재료의 약 10%가 열화되는 온도이다. 도 10은 본 명세서에 기술된 방법 및 장치에 의해 제조된 다중 벽 탄소 나노튜브에 대한 열 안정성 데이터를 도시한다. 본 명세서에서 제조된 다중 벽 탄소 나노튜브는 10 μ m 내지 200 μ m의 맞춤형 길이를 갖는 5-8개의 벽과 약 5nm의 내부 지름을 갖는다. 400℃ 미만의 영역은 열 내성이 좋지 않은 비정질 탄소 및 탄소질 재료가 열화되는 곳이다. 그래프로부터 알 수 있는 바와 같이, 본 명세서에 기술된 방법 및 장치에 의해 제조된 다중 벽 탄소 나노튜브에는 비정질 탄소 및 탄소질 재료가 거의 없다. 변곡점은 721℃, 시작점은 644℃이며 탄소 순도는 99.4%보다 크다. 대조적으로, 시판되는 CNT(도시되지 않음)에서 변곡점은 643℃이고, 시작점은 583℃이며 탄소 순도는 90%이다.

[0094] **예시 2: 다중 벽 CNT의 라만 분석**

[0095] 10mg의 CNT를 약 100mL의 메탄올에 현탁시켜 흑색 용액을 형성하였다. 이어서, 라만 스펙트럼에는 얇은 CNT 층이 필요하기 때문에 현탁액 내에서 CNT를 균일하게 분산시키는도록 생성된 현탁액이 약 10분 동안 초음파 처리된다. 이어서, 현탁액이 Si 기판에 분사되어 박막을 형성하였다. 이어서, 코팅된 Si 기판이 130℃에서 10분 동안 오븐에 배치되어 샘플로부터 분산제를 기화시켰다. 라만 스펙트럼은 532nm의 레이저 방사선, 50초의 적분, 10X 대물 렌즈 및 24mW의 레이저를 구비한 Thermos Nicolet Dispersive XR Raman Microscope로 기록되었다. D 및 G 밴드 세기의 비율은 종종 CNT의 구조적 완전성을 검증하기 위한 진단 툴로서 사용된다.

[0096] 도 11은 본 명세서에 기술된 방법 및 장치(실선)에 의해 제조된 다중 벽 탄소 나노튜브의 라만 스펙트럼 및 시판되는 CNT(점선)를 도시한다. 본 명세서에 기술된 방법 및 장치에 의해 제조된 다중 벽 탄소 나노튜브의 ID/IG 및 IG/IG' 비율은 각각 0.76 및 0.44인 반면, 시판되는 CNT에 대한 동일한 비율은 각각 1.27 및 0.4이다. 상기 본 명세서에 기술된 방법 및 장치에 의해 제조된 다중 벽 탄소 나노튜브의 결정성이 다른 방법에 의해 제조된 것보다 더 크며 열 안정성 데이터에 따른다는 것을 나타낸다.

[0097] **예시 3: 다중 벽 GNR의 열중량 분석**

[0098] CNT의 탄소 순도 및 열 안정성은 열중량 분석기(TGA), TA 기기, Q500를 이용하여 검사되었다. 샘플은 공기 대기(Praxair AI NDK) 하에서 10℃/분의 속도로 온도에서 900℃로 가열되고 냉각 전에 900℃에서 10분 동안 유지되었다. 탄소 순도는 (모든 탄소질 재료의 중량)/(모든 탄소질 재료의 중량 + 촉매의 중량)으로 정의된다. 변곡점은 열 분해가 최대값에 도달하는 온도이다. 시작점은 고온으로 인해 재료의 약 10%가 열화되는 온도이다. 도 12는 본 명세서에 기술된 방법에 의해 제조된 GNR에 대한 열 안정성 데이터를 도시한다. 제조된 GNR은 10 μ m 내지 200 μ m의 맞춤형 길이를 갖는다. 400℃ 미만의 영역은 열 내성이 좋지 않은 비정질 탄소 및 탄소질 재료가 열화되는 곳이다. 그래프로부터 알 수 있는 바와 같이, 본 명세서에 기술된 방법 및 장치에 의해 제조된 GNR에는 비정질 탄소 및 탄소질 재료가 거의 없다. 변곡점은 690℃이며 탄소 순도는 99.4%보다 크다.

[0099] **예시 4: GNR의 라만 분석**

[0100] 10mg의 CNT를 약 100mL의 메탄올에 현탁시켜 흑색 용액을 형성하였다. 이어서, 라만 스펙트럼에는 얇은 CNT 층이 필요하기 때문에 현탁액 내에서 CNT를 균일하게 분산시키는도록 생성된 현탁액이 약 10분 동안 초음파 처리된다. 이어서, 현탁액이 Si 기판에 분사되어 박막을 형성하였다. 이어서, 코팅된 Si 기판이 130℃에서 10분 동안 오븐에 배치되어 샘플로부터 분산제를 기화시켰다. 라만 스펙트럼은 532nm의 레이저 방사선, 50초의 적분, 10X 대물 렌즈 및 24mW의 레이저를 구비한 Thermos Nicolet Dispersive XR Raman Microscope로 기록되었다. D 및 G 밴드 세기의 비율은 종종 CNT의 구조적 완전성을 검증하기 위한 진단 툴로서 사용된다.

[0101] 도 13은 본 명세서에 기술된 방법에 의해 제조된 GNR의 라만 스펙트럼을 도시한다. 본 명세서에 기술된 방법에 의해 제조된 GNR의 I2D/IG 및 ID/IG는 각각 0.6 및 0.75이며, 이는 표준 그래핀 시그니처를 나타내고 화학적 압축 해제 공정으로부터의 최소 결함을 나타낸다.

[0102] **예시 5: 그래핀 기반 엔진 오일 나노유체에 대한 마찰 계수 및 Scar 검사 결과**

[0103] 모터 오일 SN 5W-40에서 99%보다 큰 순도를 갖는 Nadditive-G100(약 70% 나노플레이틀릿 및 약 30% 그래핀 나노리본)의 농도 증가 효과를 측정하기 위해 표준 4구 검사기가 사용되었다. 크래들에 고정된 3개의 스틸 볼에

대해 로드 회전 하에서 1개의 스틸 볼로 테스터가 동작되었다. 회전 속도는 60분 동안 40Kg/F의 일정한 하중 하에 75℃에서 1200RPM이었다. 결과는 도 17에 도시되며, 이는 모터 오일 내의 N-additive-G100의 양의 증가가 마찰 계수 및 Scar 지름을 상당히 감소시킴을 나타낸다.

[0104] 예시 6 : 그래핀 기반 엔진 오일 나노유체의 차량 검사

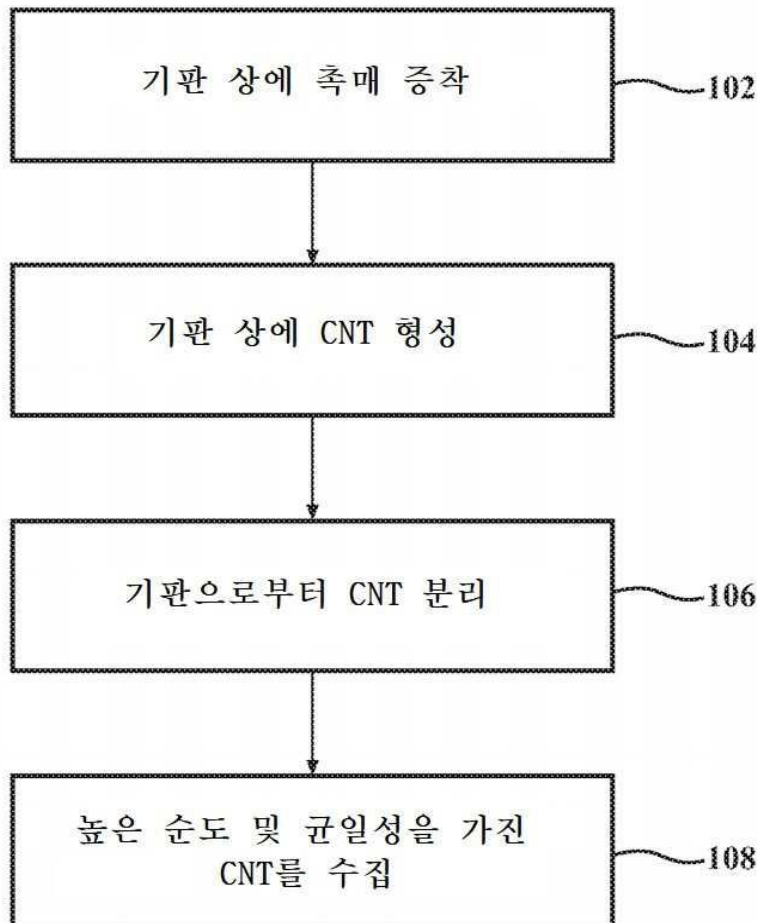
차량(연도)	상업용 오일에 대한 연료 소비	상업용 오일 내의 그래핀 오일 (N-G100의 25mg/L)에 대한 연료 소비	효율 증가(%)
혼다 파일럿 (2014)	23.45mpg	25.82mpg	10.1
폭스바겐 골프	20.67mpg	22.63mpg	9.5
미쓰비시 랜서	25.78mpg	28mpg	8.6

[0105]

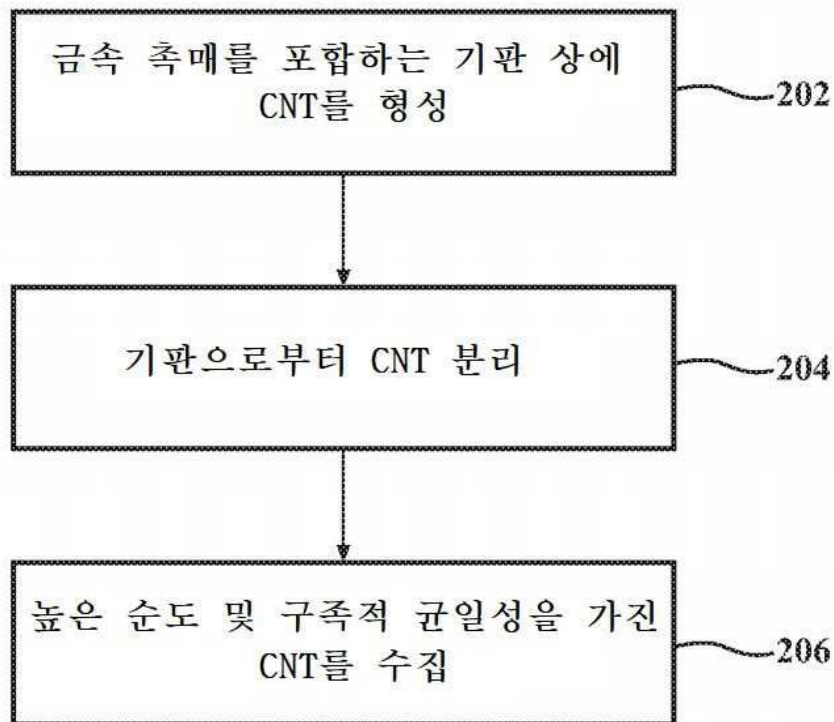
[0106] 상기 결과는 그래핀 오일 첨가제가 검사된 차량의 연료 소비를 약 10% 내지 약 20% 증가시킨다는 것을 보여준다.

도면

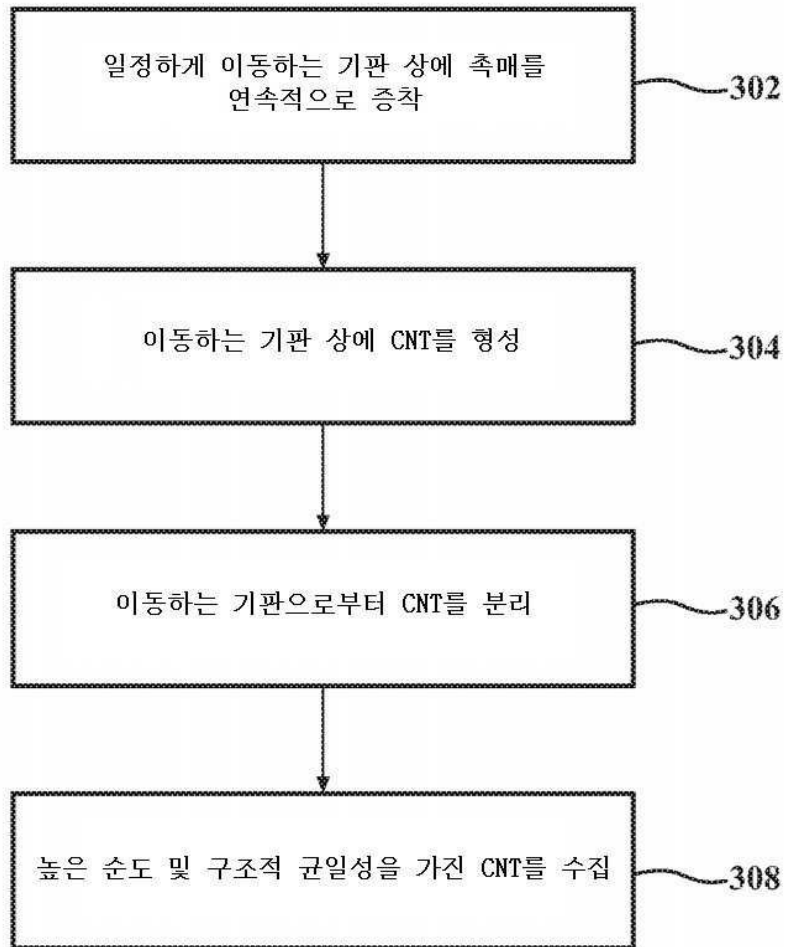
도면1



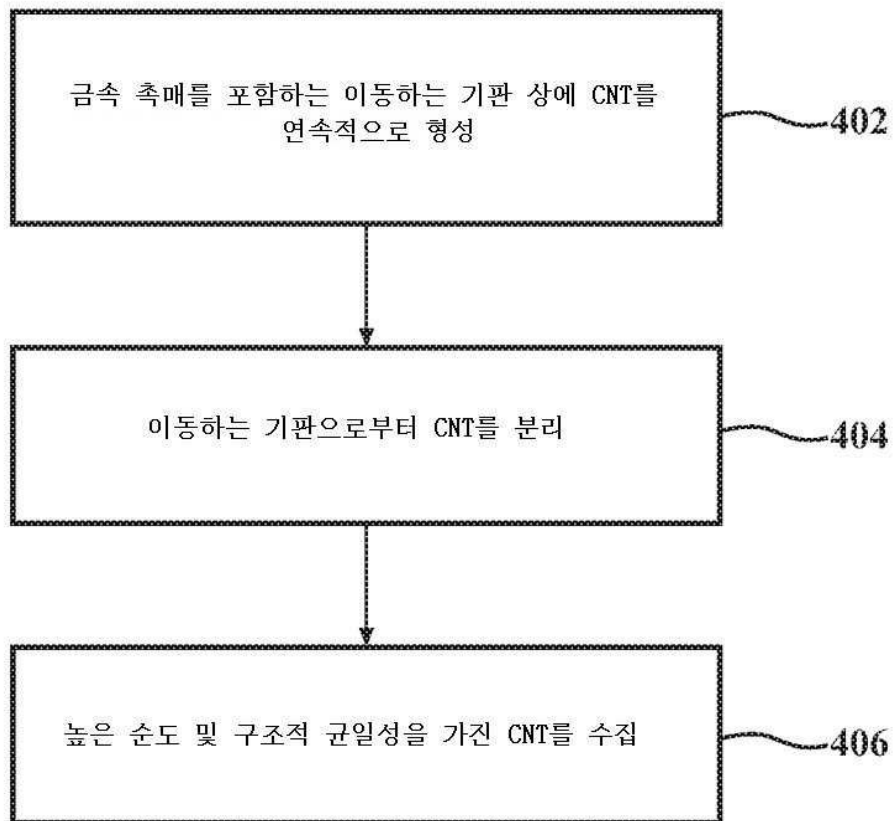
도면2



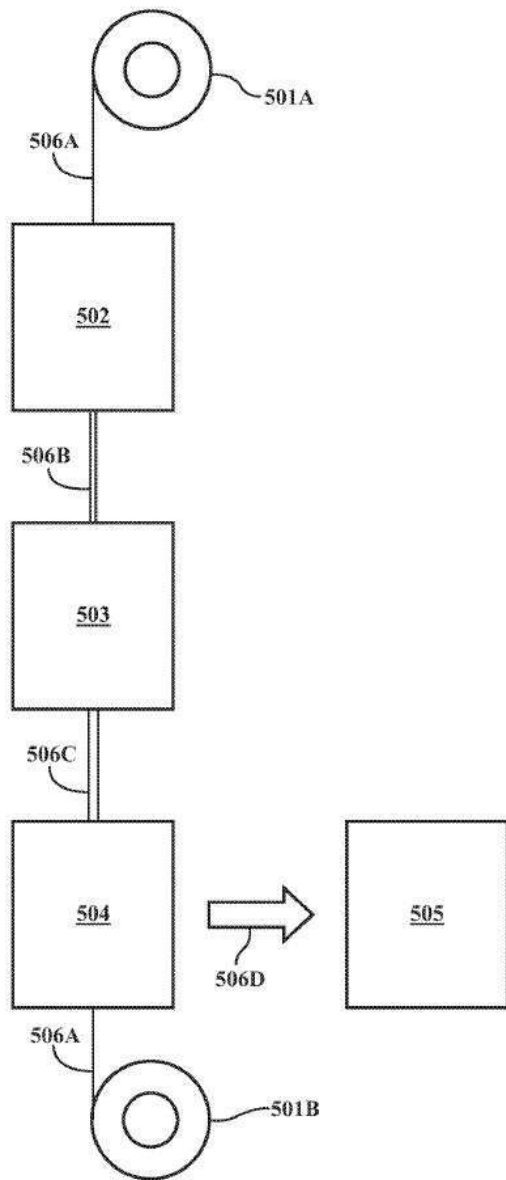
도면3



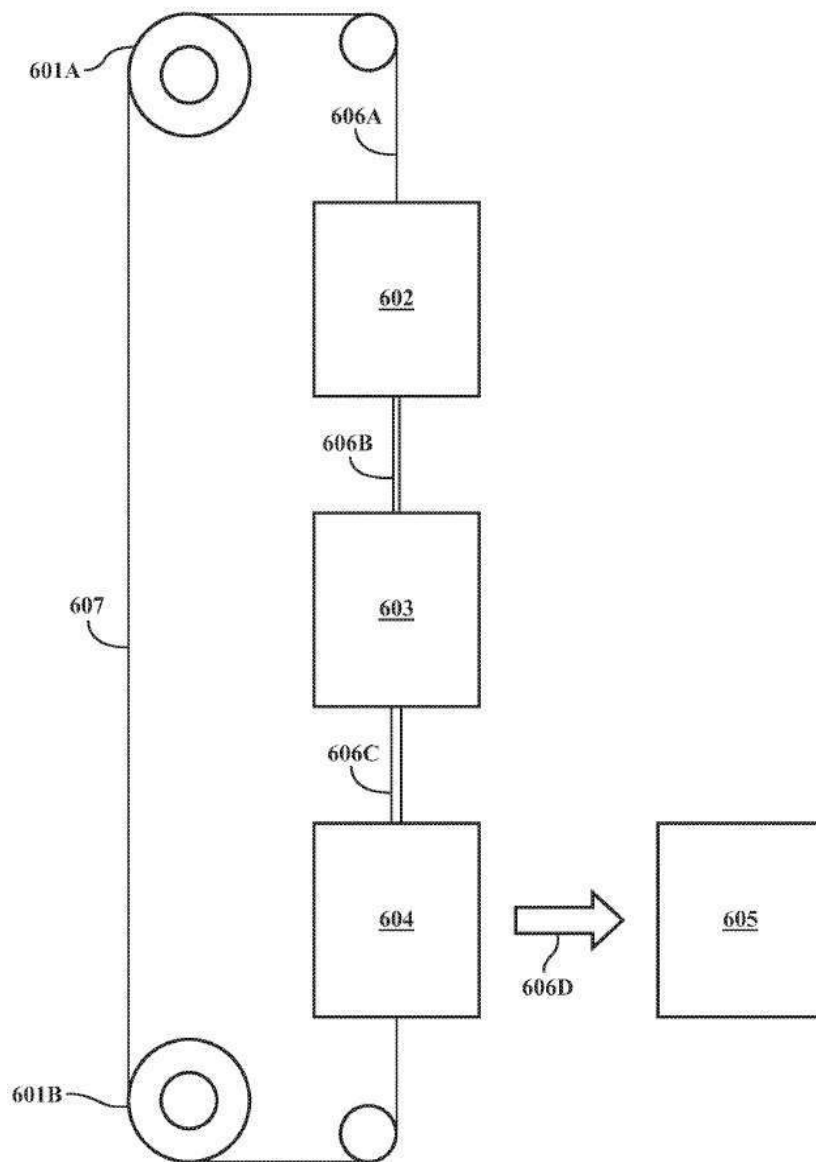
도면4



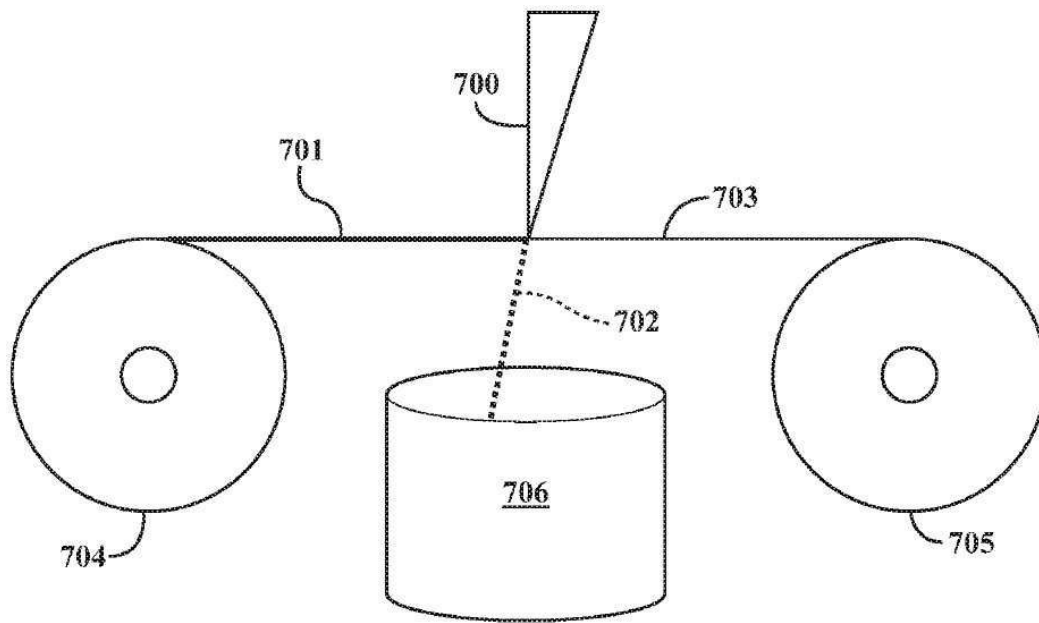
도면5



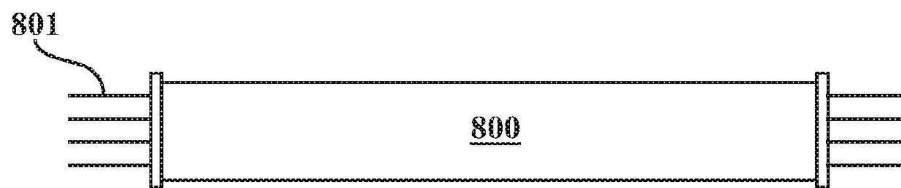
도면6



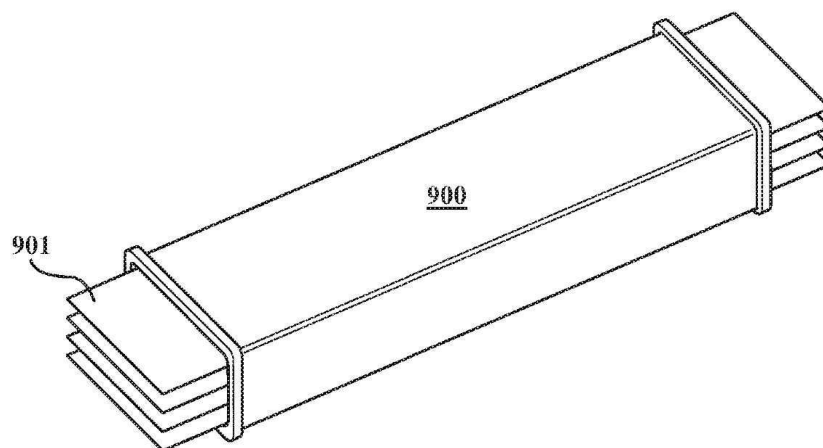
도면7



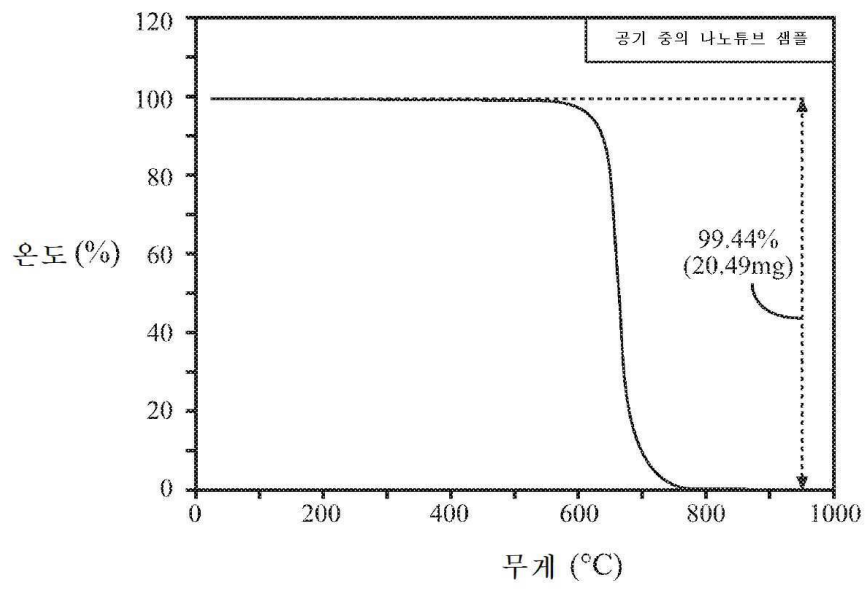
도면8



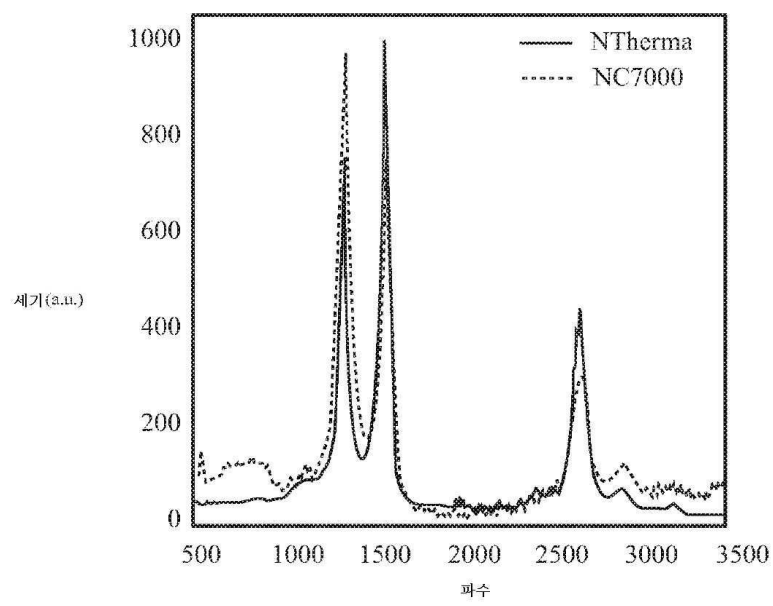
도면9



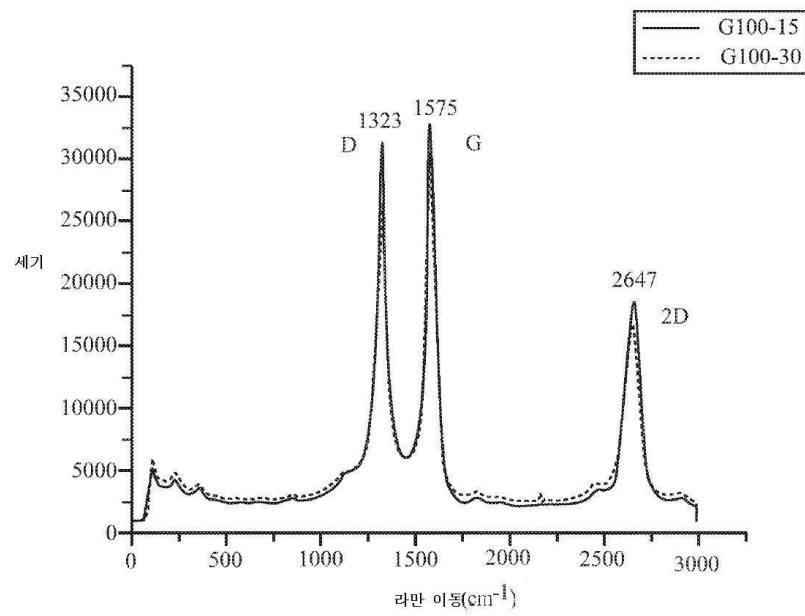
도면10



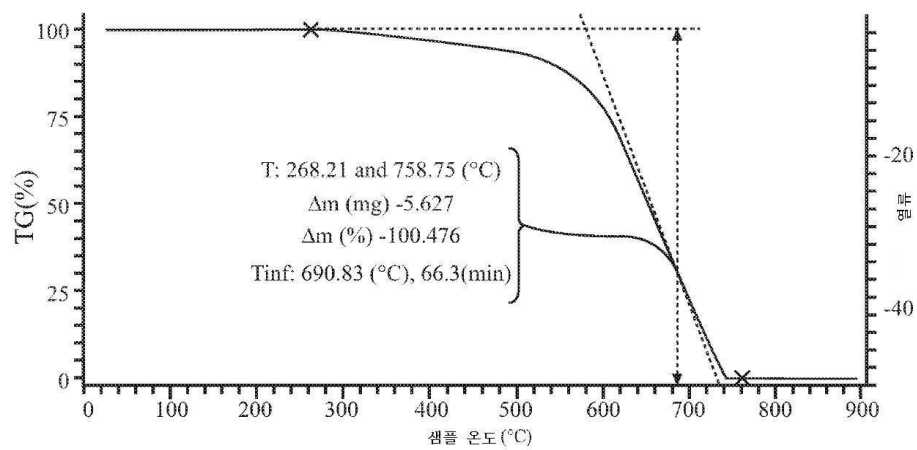
도면11



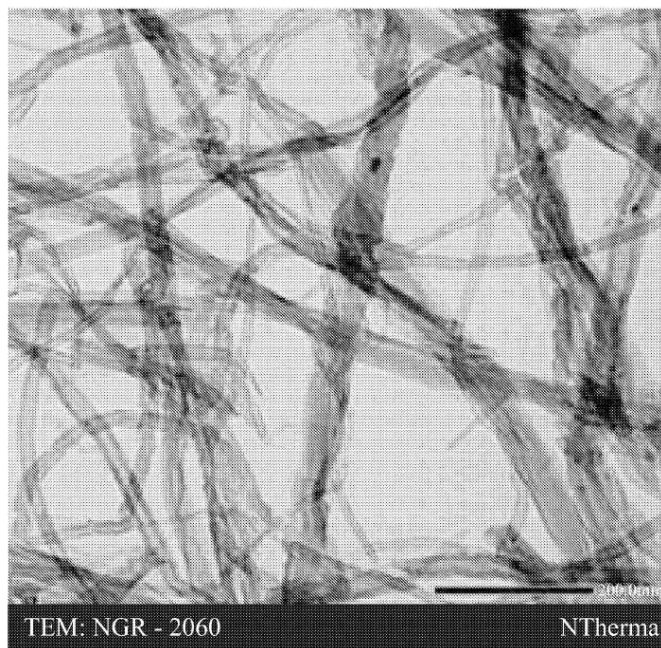
도면12



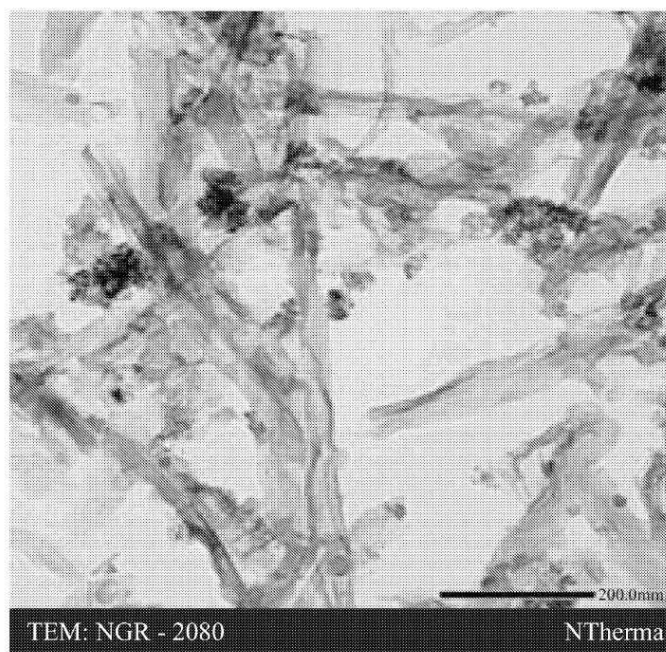
도면13



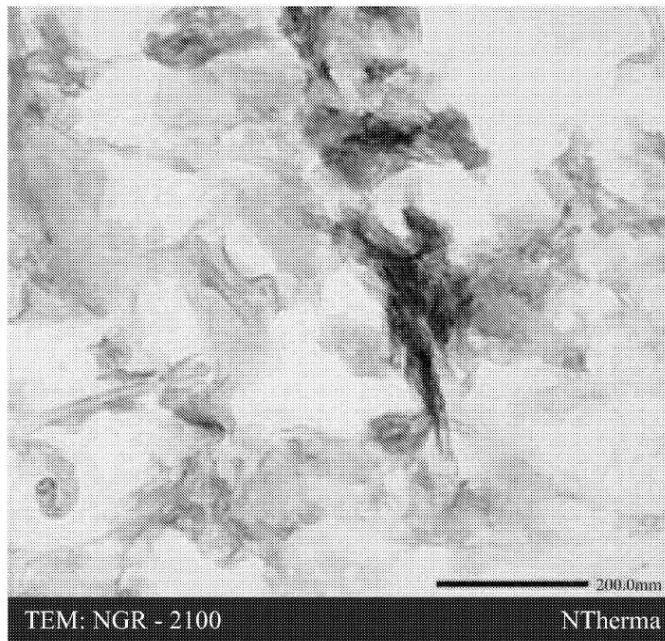
도면14



도면15



도면16



도면17

