

# (19) 대한민국특허청(KR)

## (12) 등록특허공보(B1)

(51) 국제특허분류(Int. Cl.) *CO1B 31/02* (2006.01) *B01J 19/26* (2006.01)

(52) CPC특허분류 *CO1B 32/16* (2017.08) *BO1J 19/26* (2013.01)

(21) 출원번호 10-2016-0085624 (22) 출원일자 2016년07월06일 심사청구일자 2016년07월06일

(65) 공개번호10-2018-0005478(43) 공개일자2018년01월16일

(56) 선행기술조사문헌 KR101415078 B1\* KR1020070073395 A\* \*는 심사관에 의하여 인용된 문헌 (45) 공고일자 2018년01월17일

(11) 등록번호 10-1819707

(24) 등록일자 2018년01월11일

(73) 특허권자

**숭실대학교산학협력단** 서울특별시 동작구 상도로 369 (상도동)

(72) 발명자

정영진

서울특별시 서초구 신반포로 171, 214동 505호 ( 잠원동, 신반포6차아파트)

송현준

서울특별시 광진구 군자로4길 26 (화양동)

(74) 대리인 특허법인엠에이피에스

전체 청구항 수 : 총 6 항

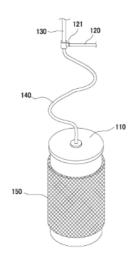
심사관 : 최영희

(54) 발명의 명칭 탄소 나노튜브 집합체 제조장치

#### (57) 요 약

본 발명은 탄소 나노튜브 집합체 제조장치를 제안한다. 본 발명의 일 실시예에 따른 탄소 나노튜브 집합체 제조장치는 탄소 나노튜브 집합체의 합성이 이루어지는 공간을 구비한 합성로; 합성로 내부로 액상의 탄소 나노튜브 집합체 원료를 공급하는 원료 공급부; 합성로 내부로 이송 가스를 공급하는 가스 공급부; 일단부에 원료 공급부 및 가스 공급부가 연결되고, 하단부에 합성로가 연결되는 원료주입관; 및 합성로의 내부 공간을 가열하는 가열수단을 포함하고, 원료주입관은 곡선형으로 형성되고, 적어도 하나 이상의 변곡점을 포함한다.

#### 대표도-도1



### (52) CPC특허분류

B01J 2219/0036 (2013.01) B01J 2219/00495 (2013.01)

## 이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호100528389부처명산업통상자원부

연구관리전문기관 한국산업기술평가원

연구사업명 산업핵심기술개발사업

연구과제명 1 Step 합성 방사법에 의한 CNT 연속섬유 제조기술 개발

기 여 율 1/1

주관기관숭실대학교 산학협력단연구기간2015.06.01 ~ 2020.05.31

### 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

탄소 나노튜브집합체 제조장치에 있어서,

내부에 탄소 나노튜브 집합체의 합성이 이루어지는 공간이 구비된 합성로;

상기 합성로 내부로 액상의 탄소 나노튜브 집합체 원료를 공급하는 원료 공급부;

상기 합성로 내부로 이송 가스를 공급하는 가스 공급부;

일단부에 상기 원료 공급부 및 가스 공급부가 연결되고, 하단부에 상기 합성로가 연결되고, 상기 액상 반소 나노튜브 집합체 원료가 기화되는 원료주입관;

상기 원료주입관의 내부를 가열하는 관 가열부; 및

상기 합성로의 내부 공간을 가열하는 가열수단을 포함하고,

상기 원료주입관은

나선형상으로 형성되고, 적어도 하나 이상의 변곡점을 포함하도록 형성된 것인 탄소 나노튜브 집합체 제조장치.

#### 청구항 2

삭제

#### 청구항 3

제1항에 있어서,

상기 원료주입관은

일단부에서 하단부까지 거리가 100 내지 1000mm이고,

내경이 1 내지 50mm인 것인 탄소 나노튜브 집합체 제조장치.

#### 청구항 4

제1항에 있어서,

상기 원료주입관은

상기 원료 및 이송 가스가 유입되는 직선형의 입구부,

상기 입구부로부터 연장 형성되고, 곡선형으로 형성된 곡선부; 및

상기 곡선부로부터 연장 형성되고, 상기 원료 및 이송 가스가 상기 합성로로 토출되는 직선형의 출구부를 포함 하는 것인 탄소 나노튜브 집합체 제조장치.

## 청구항 5

제1항에 있어서,

상기 원료 공급부는 액상의 탄소 나노튜브 집합체 원료를 분사하는 분사부를 포함하는 것인 탄소 나노튜브 집합 체 제조장치.

#### 청구항 6

삭제

#### 청구항 7

제1항에 있어서,

상기 관 가열부는

60도 내지 200도로 원료 주입관의 내부를 가열하는 것인 탄소 나노튜브 집합체 제조장치.

#### 청구항 8

제1항에 있어서,

상기 원료 공급부와 상기 가스 공급부는 공급량을 조절 가능하게 구성되는 것인 반소 나노튜브 집합체 제조장치.

## 발명의 설명

#### 기술분야

[0001] 본 발명은 탄소 나노튜브 집합체 제조장치에 관한 것이다.

### 배경기술

- [0003] 전자의 경우는 기지 물질인 고분자를 용매 또는 열로 녹인 후에 입자형태의 반소 나노튜브와 혼합하여 복합재료로 제조하는 것으로서, 탄소 나노튜브의 분산기술이 핵심기술이다.
- [0004] 후자의 경우는 망상구조를 갖는 반소 나노튜브를 합성하는 방법을 일컫는 것으로서, 기판 위에 탄소 나노튜브를 합성한 후에 집합체를 형성하는 것과 기판없이 집합체를 형성하는 방법들이 있다. 기판을 사용하는 방법은 불연속 공정이므로 생산비가 높으며, 기판을 사용하지 않는 직접방사법은 연속적으로 반소 나노튜브 집합체를 형성하므로 생산비가 낮다.
- [0005] 한편, 이와 판련하여 대한민국등록특허 제10-1415078호(발명의 명칭: 탄소 나노튜브 섬유제조장치)에서는, 내측으로 탄소 나노튜브 섬유의 합성이 이루어지는 공간을 제공하는 합성로; 합성로 내부로 액상의 탄소 나노튜브 섬유 원료를 공급하는 원료 공급부; 합성로 내부로 이송 가스를 공급하는 가스 공급부; 관 형상으로서 상기 합성로의 내측 상단에 배치되고 공급되는 섬유 원료가 내주면을 타고 흐르는 보조 합성로; 원료 공급부에 의해 공급되는 섬유 원료를 보조 합성로의 내벽에 대하여 분사하는 노즐; 합성로 외주를 따라 배치되는 히터를 포함하는 구성을 개시하고 있다.
- [0006] 하지만, 이러한 종래의 탄소 나노튜브 섬유제조장치는 직선형의 주입관을 사용하여, 합성로의 열에너지가 원료 주입부에 바로 전달되어 노즐의 수명이 짧으며, 탄소 나노튜브 섬유의 균제도를 향상시키기 어렵다는 문제점이 있다.

## 발명의 내용

#### 해결하려는 과제

[0007] 본원은 전술한 종래 기술의 문제점을 해결하기 위한 것으로서, 균제도가 향상된 반소 나노튜브 집합체를 합성할 수 있는 반소 나노튜브 집합체 제조장치를 제공하는 것을 목적으로 한다.

- [0008] 또한, 원료공급부의 노즐이 열에 의해 손상되는 것을 방지할 수 있는 탄소 나노튜브 집합체 제조장치를 제공하는 것을 목적으로 한다.
- [0009] 다만, 본 실시예가 이루고자 하는 기술적 과제는 상기된 바와 같은 기술적 과제들로 한정되지 않으며, 또 다른 기술적 과제들이 존재할 수 있다.

#### 과제의 해결 수단

[0010] 상기한 기술적 과제를 달성하기 위한 기술적 수단으로서, 본 발명의 일 실시예에 따른 반소 나노튜브 집합체 제조장치는 반소 나노튜브 집합체의 합성이 이루어지는 공간을 구비한 합성로; 합성로 내부로 액상의 반소 나노튜브 집합체 원료를 공급하는 원료 공급부; 합성로 내부로 이송 가스를 공급하는 가스 공급부; 일단부에 원료 공급부 및 가스 공급부가 연결되고, 하단부에 합성로가 연결되는 원료주입관; 및 합성로의 내부 공간을 가열하는 가열수단을 포함하고, 원료주입관은 곡선형으로 형성되고, 적어도 하나 이상의 변곡점을 포함한다.

#### 발명의 효과

- [0011] 전술한 본원의 과제 해결 수단에 의하면, 곡선형의 원료주입관을 이용하여, 원료용액을 완충하는 역할을 함으로 서, 균제도가 좋은 탄소 나노튜브 집합체를 합성할 수 있는 효과가 크게 향상될 수 있다.
- [0012] 또한, 합성로의 내부 열에너지가 직접적으로 원료공급부에 접근하는 것을 차단하여, 원료공급부의 노즐이 열에 의해 손상되는 것을 방지할 수 있는 효과가 있다.

#### 도면의 간단한 설명

- [0013] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 탄소 나노튜브 집합체 제조장치의 사시도이다.
  - 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 탄소 나노튜브 집합체 제조장치의 단면도이다.
  - 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 원료주입관의 평면도이다.
  - 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 원료주입관의 사시도이다.
  - 도 5의 (a)는 종래의 수직형 원료주입관을 이용하여 제조된 반소 나노튜브 집합체의 사진이며, 도 5의 (b)는 본 발명의 곡선형의 원료주입관을 이용하여 제조된 반소 나노튜브 집합체의 사진이다.
  - 도 6은 본 발명의 원료주입관의 다양한 실시예를 나타낸 도면이다.
  - 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 원료주입관의 변곡점 개수에 따른 반소 나노튜브의 순도 및 반소전환율 변화를 나타내는 그래프이다.

도 8은 본 발명의 일 실시예에 따른 원료 주입관의 온도에 따른 라만분석에서의 IG/ID 변화를 나타내는 그래프이다.

## 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0014] 아래에서는 첨부한 도면을 참조하여 본원이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 본원의 실시예를 상세히 설명한다. 그러나 본원은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다. 그리고 도면에서 본원을 명확하게 설명하기 위해서 설명과 관계없는 부분은 생략하였으며, 명세서 전체를 통하여 유사한 부분에 대해서는 유사한 도면 부호를 붙였다.
- [0015] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부분이 다른 부분과 "연결"되어 있다고 할 때, 이는 "직접적으로 연결"되어 있는 경우뿐 아니라, 그 중간에 다른 소자를 사이에 두고 "전기적으로 연결"되어 있는 경우도 포함한다.
- [0016] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부재가 다른 부재 "상에" 위치하고 있다고 할 때, 이는 어떤 부재가 다른 부재에 접해 있는 경우뿐 아니라 두 부재 사이에 또 다른 부재가 존재하는 경우도 포함한다.
- [0017] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함" 한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성 요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다. 본원 명세서 전체에서 사용되는 정도의 용어 "약", "실질적으로" 등은 언급된 의미에 고유한 제조 및 물질 허용오차가 제시될 때 그 수치에서 또는 그 수치에 근접한 의미로 사용되고, 본원의 이해를 돕기 위해 정확하거나 절대적인 수 치가 언급된 개시 내용을 비양심적인 침해자가 부당하게 이용하는 것을 방지하기 위해 사용된다. 본원 명세서

전체에서 사용되는 정도의 용어 "~(하는) 단계" 또는 "~의 단계"는 "~ 를 위한 단계"를 의미하지 않는다.

- [0018] 본원은 탄소 나노튜브 집합체 제조장치에 관한 것이다.
- [0019] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 탄소 나노튜브 집합체 제조장치의 사시도이고, 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 탄소 나노튜브 집합체 제조장치의 단면도이고, 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 원료주입관의 평면 도이고, 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 원료주입관의 사시도이고, 도 5의 (a)는 종래의 수직형 원료주입관을 이용하여 제조된 탄소 나노튜브 집합체의 사진이며, 도 5의 (b)는 본 발명의 곡선형의 원료주입관을 이용하여 제조된 탄소 나노튜브 집합체의 사진이고, 도 6은 본 발명의 원료주입관의 다양한 실시예를 나타낸 도면이고, 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 원료주입관의 변곡점 개수에 따른 탄소 나노튜브의 순도 및 탄소 전환율 변화를 나타내는 그래프이고, 도 8은 본 발명의 일 실시예에 따른 원료 주입관의 온도에 따른 라만분석에서의 IG/ID 변화를 나타내는 그래프이다
- [0020] 우선, 본원의 일 실시예에 따른 반소 나노튜브 집합체 제조장치(100)(이하, '반소 나노튜브 집합체 제조장치(100)'라 함)에 대해 설명한다.
- [0021] 도 1 및 도 2를 참조하면, 탄소 나노튜브 집합체 제조장치(100)는 합성로(110), 원료 공급부(120), 가스공급부 (130), 원료 주입관(140), 및 가열수단(150)을 포함한다.
- [0022] 본 발명에 따른 제조장치(100)에 의한 탄소 나노튜브 집합체 제조 방법은 공개특허 제2012-0090383호에 기재되어 있는 방법에 의해 수행될 수 있다. 따라서, 탄소 나노튜브 집합체의 제조 공정에 대한 상세한 설명은 생략한다.
- [0023] 합성로(110)는 내부에 탄소 나노튜브 집합체의 합성이 이루어지는 공간이 구비된다. 또한, 합성로(110)는 원통 형일 수 있지만, 그 형태와 크기는 사용자의 필요에 따라 다양하게 설정될 수 있다.
- [0024] 가열수단(150)은 합성로(110)의 외주면상에 배치되어, 합성로(110)를 가열한다. 예시적으로 가열수단(150)은 가스 가열식, 전기 가열식 등 다양한 수단이 사용될 수 있으나, 이에 한하지 않는다. 또한, 가열수단(150)의 가열 온도는 800 내지 1500 도일 수 있다.
- [0025] 원료 공급부(120)는 탄소 나노튜브 집합체 합성을 위한 원료를 합성로(110)로 공급한다. 이때, 공급되는 원료는 액상 상태인 것이 바람직하다.
- [0026] 또한, 원료 용액은 반소공급원, 촉매, 조촉매로 구성될 수 있다. 반소공급원은 아세론(Acetone), 에반을 (Ethanol), 부반을(Butanol)과 같은 유기용매를 포함하며, 촉매는 페로세인(Ferrocene)과 같은 메탈로세인 (metallocene)을 포함하고, 조촉매는 싸이오펜(Thiophene) 또는 이황화반소(CS2)을 포함할 수 있다. 또한, 반소원료인 용액조성은 제조하고자 하는 반소 나노튜브의 종류에 따라 달라질 수 있으며, 일반적으로 페로세인 (ferrocene)은 0.1 내지 4.0wt%, 싸이오펜(thiophene)은 0.05 내지 3.0wt% 비율로 조성할 수 있다.
- [0027] 또한, 원료 공급부(120)는 합성로(110)로 공급하는 원료의 양을 필요에 따라 조절할 수 있도록 구성되는 것이 바람직하며, 이를 위해 유량 조절 밸브가 배치될 수 있다.
- [0028] 가스공급부(130)는 탄소 나노튜브 집합체 합성을 위해 공급된 원료가 기화된 후, 기화된 원료의 이송을 용이하게 하는 이송용 가스를 공급한다. 이때, 이송용 가스는 수소가스일 수 있으며, 300 내지 4000sccm으로 공급될 수 있다.
- [0029] 또한, 가스공급부(130)는 합성로(110)로 공급하는 가스의 양을 필요에 따라 조절할 수 있도록 구성되는 것이 바람직하며, 이를 위해 유량 조절 밸브가 배치될 수 있다. 이때, 가스의 양 조절은 원료의 공급량 조절과 독립적으로 수행될 수 있다.
- [0030] 원료 주입판(140)은 일단부에 원료 공급부(120) 및 가스공급부(130)가 연결되고, 하단부에 합성로(110)가 연결된다. 즉, 원료 공급부(120)로부터 공급된 원료용액이 원료 주입판(140)을 통해 합성로(110)로 공급될 수 있다.
- [0031] 또한, 원료 공급부(120)는 액상의 탄소 나노튜브 집합체 원료를 분사하는 분사부(121)를 포함할 수 있다. 즉, 원료 공급부(120)는 원료용액의 기화 및 미립화가 용이하도록, 분사부(121)를 이용하여 원료용액을 안개 상태로 분사할 수 있다.
- [0032] 도 1을 참조하면, 원료 주입관(140)은 곡선형으로 형성되고, 적어도 하나 이상의 변곡점을 포함하도록

형성된다.

- [0033] 또한, 원료 주입판(140)은 나선형상으로 형성될 수 있다. 즉, 원료 주입판(140)은, 도 4에 도시된 바와 같이, 소정의 높이 및 반지름을 갖는 원기둥의 외주면을 따라 나선형태로 감긴 형태로 형성될 수 있다. 이에 따라, 상부에서 원료 주입판(140)을 보면, 소정의 반지름을 갖는 원형 형상을 갖는 것을 확인할 수 있다. 이때, 원료 주입판(140)의 내경과 원료 주입판(140)의 나선 형상에 의하여 형성되는 원의 반지름 간의 비율, 원료 주입판(140)의 입구와 출구 사이의 거리 등을 적절히 선택하여 최적의 원료 주입판(140)을 설계할 수 있다.
- [0034] 다시 말해, 원료 주입관(140)은 2차원 평면 상에서 굴곡지게 형성되거나 3차원에 나선형상으로 형성될 수도 있다.
- [0035] 또한, 도 1을 참조하면, 원료 주입판(140)은 원료 및 이송 가스가 유입되는 직선형의 입구부(141), 입구부(14 1)로부터 연장 형성되고, 곡선형으로 형성된 곡선부(142), 및 곡선부(142)로부터 연장 형성되고, 원료 및 이송 가스가 합성로(110)로 토출되는 직선형의 출구부(143)를 포함할 수 있다.
- [0036] 상세하게는, 원료공급부(120)에서 공급된 원료 및 가스공급부(130)에서 공급된 이송가스는 원료 주입판(140)의 곡선부(142)를 통과하면서 버퍼링되어 균일한 양의 원료가 출구부(143)를 통해 균일한 양의 원료가 합성로(11 0)의 내부로 공급될 수 있다.
- [0037] 도 5는 아세론(Acetone) 98wt%, 페로세인(Ferrocene) 0.4wt%, 싸이오펜(Thiophene) 1.6wt%, 수소가스 1000sccm, 합성로(110)의 온도 1200℃, 원료주입관의 내경 10mm, 원료주입속도 11ml/h의 실험환경에서, 직선형 원료 주입관(140)과 곡선형 원료 주입관(140)을 이용하여 제조된 탄소 나노튜브 집합체의 사진이다.
- [0038] 도 5의 (a)를 참조하면, 직선형의 원료 주입관을 사용할 경우, 원료용액의 액적이 원료 주입관에서 기화되기 전에 합성로(110) 내부로 수직으로 낙하하는 경우가 발생하여, 균일한 기화가 이루어지지 않기 때문에 균제도가 떨어짐을 볼 수 있다.
- [0039] 반면, 도 5의 (b)를 참조하면, 곡선형의 원료 주입관(140)을 사용할 경우, 원료 주입관(140)의 내부에서 원료용 액의 액적이 기화되고 미립화되며, 기화된 원료가 버퍼링되어서 균일한 양의 원료가 합성로(110) 내부로 공급된다. 이에 따라, 곡선형의 원료 주입관(140)을 사용할 경우, 균제도가 우수한 탄소 나노튜브 집합체를 제조할수 있다.
- [0040] 도 6을 참조하면, 원료 주입관(140)은 나선형 구조뿐 만 아니라 곡선 형태 또한 가질 수 있다. 원료 주입관 (140)은 적어도 하나 이상의 변곡점을 가질 수 있다. 즉, 도 6의 (a)에 도시된 것과 같이, 하나의 변곡점을 가진 곡선 형상을 갖거나, 도 6의 (b)에 도시된 바와 같이 두개의 변곡점을 가진 S 자형의 곡선 형상을 갖거나, 도 6의 (c)에 도시된 바와 같이 3개의 변곡점을 가진 곡선 형상을 갖도록 할 수 있다. 하지만 이에 한하지 않고, 원료 주입관(140)의 변곡점 개수는 4개 이상일 수 있다.
- [0041] 또한, 도 6을 참조하면, 원료 주입관(140)은 변곡점의 개수가 중가함에 따라 버퍼 효과가 더욱 향상되어 반소 나노튜브 집합체의 순도 및 규제도가 중가한다.
- [0042] 다시 말해, 원료 주입관(140)의 변곡점이 중가할수록, 원료 주입관(140)의 내부에서 버퍼 효과가 더욱 향상되어, 합성로(110) 내부로 더 균일하게 탄소용액이 공급되며, 이에 따라, 탄소나노튜브 집합체의 순도 및 탄소전환율이 중가한다.
- [0043] 아울러, 원료 주입관(140)은 내부에서 효율적으로 기화되도록, 원료 주입관(140)의 내경, 길이, 곡선부(142)의 굴곡된 각도를 적절히 선택하는 것이 바람직하다. 예시적으로, 곡선부(142)의 굴곡된 각도는 90도 내지 180도 일 수 있다.
- [0044] 다시 말해, 원료 주입관(140)의 내경이 작을 경우, 원료용액이 기화되지 않고 합성로(110) 내부로 투입될 수 있으며, 원료 주입관(140)의 내경이 큰 경우, 기화된 원료의 이동이 원활히지 않은 문제점이 있다. 예시적으로, 원료 주입관의 내경은 1 내지 50mm일 수 있으며, 바람직하게는 약 10mm일 수 있다.
- [0045] 또한, 원료 주입관(140)의 길이가 길수록 버퍼역할이 더 효율적으로 일어나는 장점이 있으나, 합성로(110) 내부에서 원료용액이 기화될 수 있을 만큼의 열이 원료 주입관(140)으로 전달되지 않아, 원료용액이 액체상태에서 원료 주입관(140)의 내벽을 타고 흘러, 촉매가 내벽에 석출되어 탄소나노 튜브 집합체의 품질이 일정하지 않게 된다. 예시적으로, 도 4를 참조하면, 원료 주입관(140)은 일단부에서 하단부까지의 거리(L)가 100 내지 1000mm일 수 있으며, 바람직하게는 300mm일 수 있다. 상술한 원료 주입관(140)의 일단부에서 하단부까지의 거리(L)는

원료 주입관(140)의 일단부가 위치하는 평면에서 원료 주입관(140)의 하단부가 위치하는 평면까지의 직선거리 일 수 있다.

- [0046] 또한, 원료 주입관(140)의 곡선부(142)의 굴곡된 각도가 큰 경우, 원료 주입관(140)을 통해 합성로(110) 내부의 열에너지가 유입되어 분사부(121)가 손상될 수 있으며, 원료 주입관(140)의 곡선부(142)의 굴곡된 각도가 작은 경우, 원료용액이 원료 주입관(140)의 내벽에 부딪혀 흐름성이 저하되어 곡선부(142)에 고이게 되는 문제점이 있다.
- [0047] 도 1을 참조하면, 탄소 나노 튜브 집합체 제조장치(100)는 원료 주입판(140)의 내부를 가열하는 판 가열부(16 0)를 더 포함할 수 있다. 예시적으로, 판 가열부(160)는 원료 주입판(140)의 외주를 감싸는 밴드 히터일 수 있다.
- [0048] 또한, 관 가열부(160)는 60도 내지 200도로 원료 주입관(140)의 내부를 가열할 수 있으며, 공급되는 탄소공급원의 기화점에 따라 적절히 선택하는 것이 바람직하다.
- [0049] 도 8을 참조하면, 원료 주입관(140)의 온도를 20 내지 80도까지 설정하여, 탄소 나노튜브 집합체의 결정 완성도를 나타내는 지표인 IG/ID의 변화를 분석하였다.
- [0050] 도 8의 그래프를 살펴보면, 원료 주입관(140)의 온도가 중가할수록, IG/ID가 점점 중가하는 것을 볼 수 있으며, 원료 주입관(140)의 60 내지 80도에서 IG/ID의 4.0이상으로 안정적인 것을 알 수 있다. 또한, IG/ID는 아세론의 기화점 이상인 80도에서 가장 크다.
- [0051] 다시 말해, 원료 주입관(140)의 온도는 공급되는 탄소공급원의 기화점에 따라 적절히 선택될 수 있다. 예시적으로, 상술한 바와 같은 탄소공급원이 아세론일 경우, 원료 주입관(140)의 온도는 아세론의 기화점보다 높은 80도일 수 있다. 또한, 탄소공급원이 1-부탄올일 경우, 원료 주입관(140)은 1-부탄올의 기화점보다 높은 120도로 가열될 수 있다.
- [0052] 이하, 탄소 나노튜브 합성체 제조장치(100)의 동작 방법에 대해서 설명한다.
- [0053] 작업자는 반소 나노튜브 집합체 제조장치(100)를 동작시킨다.
- [0054] 반소 나노튜브 집합체 제조장치(100)를 작동 시, 우선적으로 가열수단(150) 및 관 가열부(160)를 동작하여 합성로(110) 및 원료 주입관(140)을 예열하는 것이 바람직하다.
- [0055] 이후, 원료 공급부(120)를 통해 반소 나노튜브 집합체의 제조에 사용되는 원료 용액이 공급되고, 가스공급부 (130)를 통해서는 이송용 가스가 공급된다. 이때, 원료 용액은 분사부(121)를 통해 원료 주입관(140)으로 분사될 수 있다.
- [0056] 이때, 소정의 온도로 예열된 원료 주입관(140)로 분사된 원료용액은 기화 및 미립화되어, 균일한 양의 원료가 합성로(110) 내부로 공급될 수 있다.
- [0057] 또한, 분사부(121)는 합성로(110)의 내부로 직접 분사하지 않고, 원료 주입관(140)을 통해 합성로(110)의 내부로 원료를 주입함에 따라, 합성로 내부의 열에너지가 분사부로 직접 닿는 것을 방지하여 손상을 방지할 수 있다.
- [0058] 합성로(110) 내부로 공급된 기화된 원료는 이송용 가스와 함께 이송되면서 탄소 나노튜브 집합체로 합성될 수 있다.
- [0059] [실시예]
- [0060] 다음은 탄소 나노튜브 집합체를 합성하기 위한 조건을 보여주는 실시예로서 탄소원으로 아세론을 사용하였다.
- [0061] 아세톤(Acetone) 98wt%, 페로세인(Ferrocene) 0.4wt%, 싸이오펜(Thiophene) 1.6wt%, 수소가스 1000sccm, 합성 로(110)의 온도 1200℃, 원료주입관(140)의 내경 10mm
- [0062] 상기의 조건으로 합성된 용액을 11ml/h 속도로 합성로(110) 내부로 공급하였으며, 곡선형의 원료주입판(140)을 사용하였다.
- [0063] 도 5의 (b)는 상기 조건에서 제조된 탄소 나노튜브 집합체의 광학현미경사진이다. 이를 통해, 본 발명의 탄소 나노튜브 집합체 제조장치(100)를 통해 제조된 탄소 나노튜브 집합체는 균제도가 우수한 것을 알 수 있다.
- [0064] 또한, 도 7을 참조하면, 탄소 나노튜브 집합체 제조장치(100)는 3개의 변곡점을 가진 워료 주입관(140)을 사용

할 경우 약 1.2%의 탄소전환율을 가지며, 90%이상의 순도 높은 탄소 나노튜브 집합체를 제조할 수 있다.

[0065] 또한, 원료 주입꽌(140)은 일단부에서 하단부까지의 거리가 300mm일 수 있다.

[0066] 아울러, 반소 나노튜브 집합체 제조장치(100)는 관 가열부(160)로 원료 주입관(140)의 온도를 80도로 가열할 경우, IG/ID가 약 4.5로 매우 높은 것을 볼 수 있다. 이러한 결과는 원료용액을 원료 주입관(140)에서 기화시켜, 기화된 원료를 합성로(110)에 공급하여 합성하였기 때문에 가능하다.

[0067] 본 발명에 따른 장치에 의해 제조된 탄소나노튜브 집합체는 탄소나노튜브가 가지는 고유의 성질을 그대로 활용하여, 전자파차폐, 전자기파 흡수, 센서, 밧데리, 의료용, 파워케이블, 스마트의류, 전계방출소자, 태양전지전 극, 압전소자, 초경량복합재료 등의 다양한 응용분야에 사용될 수 있다.

[0068] 전술한 본원의 설명은 예시를 위한 것이며, 본원이 속하는 기술분야의 통상의 지식을 가진 자는 본원의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 쉽게 변형이 가능하다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다. 예를 들어, 단일형으로 설명되어 있는 각 구성 요소는 분산되어 실시될 수도 있으며, 마찬가지로 분산된 것으로 설명되어 있는 구성 요소들도 결합된 형태로 실시될 수 있다.

[0069] 본원의 범위는 상기 상세한 설명보다는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타내어지며, 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 균등 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본원의 범위에 포함되는 것으로 해 석되어야 한다.

## 부호의 설명

[0070] 100 : 탄소 나노튜브 집합체 제조장치

110 : 합성로

120 : 원료공급부 121 : 분사부

130 : 가스공급부

140 : 원료주입관 141 : 입구부

142 : 곡선부 143 : 출구부

150 : 가열수단

160 : 관 가열부

