



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년01월08일
(11) 등록번호 10-1219724
(24) 등록일자 2013년01월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D01F 9/12 (2006.01) D01F 9/127 (2006.01)
D01F 9/14 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2010-0131826

(22) 출원일자 2010년12월21일

심사청구일자 2010년12월21일

(65) 공개번호 10-2012-0070317

(43) 공개일자 2012년06월29일

(56) 선행기술조사문헌

JP2009533562 A

JP2001316976 A

JP2002013031 A

US20050008561 A1

전체 청구항 수 : 총 7 항

(73) 특허권자

한국에너지기술연구원

대전 유성구 장동 71-2

(72) 발명자

김성수

대전광역시 유성구 가정로 63, 101동 405호 (신성동, 럭키하나아파트)

주선하

서울특별시 성동구 무학봉15길 5 (하왕십리동)

(74) 대리인

특허법인 웰-엘엔케이

심사관 : 최봉돈

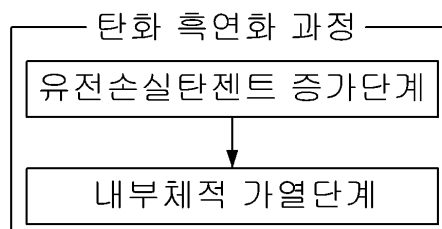
(54) 발명의 명칭 하이브리드 탄소섬유 제조방법

(57) 요약

본 발명은 하이브리드 탄소섬유 제조방법에 관한 것으로, 더 상세하게는 탄소섬유 생산공정에서 에너지 소모가 가장 큰 탄화 흑연화 과정에 마이크로파 가열 및 마이크로파 플라즈마 가열방법을 도입하여 열효율을 증대시키고 생산시간을 절감시킬 수 있는 방법에 관한 것이다.

본 발명의 하이브리드 탄소섬유 제조방법은 안정화된 전구체 섬유를 무산소 또는 환원 분위기의 회분식 열분해챔버에서 열분해가 이루어지도록 가열하는 탄화과정과 흑연화과정을 포함하는 탄소섬유를 제조하는 방법에 있어서, 상기 탄화과정과 흑연화과정은, 회분식 열분해챔버를 가열하여 내부의 전구체섬유로 열전달이 이루어지는 외부가열과, 회분식 열분해챔버 내부에 형성시킨 마이크로파 플라즈마의 복사열로 가열하는 마이크로파 플라즈마가열을 순차적 또는 동시에 실행하여 섬유의 유전손실탄젠트를 증가시키는 유전손실탄젠트증가단계와; 상기 유전손실탄젠트가 증가된 섬유에 마이크로파 가열로 내부체적을 직접 가열하는 내부체적가열단계;로 이루어지는 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

안정화된 전구체 섬유를 무산소 또는 환원 분위기의 회분식 열분해챔버에서 열분해가 이루어지도록 가열하는 탄화과정과 흑연화과정을 포함하는 탄소섬유를 제조하는 방법에 있어서,

상기 탄화과정과 흑연화과정은,

회분식 열분해챔버를 가열하여 내부의 전구체섬유로 열전달이 이루어지는 외부가열과, 상기 외부가열이 완료된 전구체섬유를 회분식 열분해챔버 내부에 형성시킨 마이크로파 플라즈마의 복사열로 가열하는 마이크로파 플라즈마가열로 섬유의 유전손실탄젠트를 증가시키는 유전손실탄젠트증가단계와;

상기 유전손실탄젠트가 증가된 섬유에 마이크로파 가열로 내부체적을 직접 가열하는 내부체적가열단계;로 이루어지는 것을 특징으로 하는 탄소섬유 제조방법.

청구항 2

안정화된 전구체 섬유를 무산소 또는 환원 분위기의 회분식 열분해챔버에서 열분해가 이루어지도록 가열하는 탄화과정과 흑연화과정을 포함하는 탄소섬유를 제조하는 방법에 있어서,

상기 탄화과정과 흑연화과정은,

회분식 열분해챔버를 가열하여 내부의 전구체섬유로 열전달이 이루어지는 외부가열과, 회분식 열분해챔버 내부에 형성시킨 마이크로파 플라즈마의 복사열로 가열하는 마이크로파 플라즈마가열을 동시에 가하여 섬유의 유전손실탄젠트를 증가시키는 유전손실탄젠트증가단계와;

상기 유전손실탄젠트가 증가된 섬유에 마이크로파 가열로 내부체적을 직접 가열하는 내부체적가열단계;로 이루어지는 것을 특징으로 하는 탄소섬유 제조방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 전구체 섬유는 레이온(rayon) 계열, 피치(pitch) 계열, 폴리아크릴로니트릴(polyacrylonitrile) 계열, 셀룰로오스(cellulose) 계열을 포함하는 유기성 섬유 중 하나인 것을 특징으로 하는 탄소섬유 제조방법.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 마이크로파는 0.1 KHz 내지 350 GHz 주파수로 이루어지는 것을 특징으로 하는 탄소섬유 제조방법.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 마이크로파는 탄소섬유 1g당 0.1 W 내지 1000 W 로 출력되는 것을 특징으로 하는 탄소섬유 제조방법.

청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 마이크로파 플라즈마는 질소, 아르곤, 헬륨, 수소를 포함하는 가스 중 어느 하나 또는 이들의 혼합가스를 플라즈마생성가스로 하고, 이에 마이크로파를 가하여 생성되는 것을 특징으로 하는 탄소섬유 제조방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 플라즈마를 발생시키는 마이크로파는 0.1 KHz 내지 350 GHz 주파수로 탄소섬유 1g당 0.1 W 내지 1000 W 로 출력하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 탄소섬유 제조방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 하이브리드 탄소섬유 제조방법에 관한 것으로, 더 상세하게는 탄소섬유 생산공정에서 에너지 소모가 가장 큰 탄화 흑연화 과정에 마이크로파 가열 및 마이크로파 플라즈마 가열방법을 도입하여 열효율을 증대시키고 생산시간을 절감시킬 수 있는 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 탄소섬유는 비강도(밀도강 인장강도) 및 비탄성율(밀도당 영율) 등의 기계적 물성이 매우 우수하기 때문에 첨단 복합재료의 강화제로 가장 널리 사용되고 있다. 이러한 탄소섬유 용도로는 항공기, 자동차 등의 구조재료나, 낚시대, 골프채 샤프트 등의 스포츠레저용품 등에서 많이 사용되고 있으며, 점진적으로 사용분야가 확대되고 있다.

[0003] 이러한 탄소섬유는 유기섬유나 수지, 피치 등의 유기원료로 방사한 섬유를 탄화 후 다시 3000℃ 이상에서 열처리하여 얻어진 비흑연질 탄소로 이루어진 필라멘트를 지칭하는 말로서, 출발물질에 따라 크게 레이온(재생 셀룰로오스)인 레이온계, 석탄·석유피치인 피치계, 폴리아크릴로니트릴(polyacrylonitrile, PAN)인 PAN계 탄소섬유로 구분되지만 피치계와 PAN계 탄소섬유가 주종을 이루고 있다.

[0004] 상기 탄소섬유의 일반적인 제조과정은 섬유형태의 유기 전구체물질(precursor material)을 불활성분위기에서 열분해하여 제조하는 것이다.

[0005] 또한 상기 열분해가 이루어지도록 하는 열처리 공정은 공기 분위기에서 약 200~300℃로 열처리하는 안정화과정과, 안정화된 섬유를 다시 질소나 아르곤가스 등의 불활성기체 분위기에서 약 1200~2500℃의 온도로 열처리하는 탄화과정 및 2500℃ 이상의 온도로 열처리하는 흑연화과정으로 분류될 수 있다.

[0006] 상기 탄화과정 및 흑연화과정을 개략적으로 살펴보면 열분해로에 안정화된 섬유를 감은 권취롤을 안치하고, 이에 열을 가함으로써 고온조건에서 열분해가 이루어져 섬유의 탄화 또는 흑연화가 이루어지는 것이다.

[0007] 여기서 상기 열을 가하는 방식으로는 외부로부터 열분해로에 열을 가해 대상섬유를 간접 가열하는 재래식 외부 가열방식이 있다. 상기 재래식 외부가열방식은 열분해로의 벽면을 먼저 가열하고 가열된 벽면열로 내부 권취롤에 감긴 섬유를 가열하는 것이나, 탄화 또는 흑연화가 이루어지는 온도로 가열하는 초기예열시간이 길고, 간접 전달방식임으로 에너지효율도 낮은 단점이 있다.

[0008] 다른 가열방식으로 마이크로파 가열을 통해 내부체적을 가열하는 방식이 있다. 상기 마이크로파 가열은 대상물질인 섬유에 직접 가열이 이루어짐으로 에너지효율은 향상시킬 수 있으나, 섬유의 마이크로파 흡수능력(microwve absorbing capacity)에 의하여 그 효율이 가변되고, 유전손실 탄젠트(dielectric loss tangent)가 작은 물질은 가열하기가 어려운 단점이 있다.

[0009] 또 다른 방식으로는 마이크로파 플라즈마 가열방식을 적용할 수 있다. 상기 마이크로파 플라즈마 가열방식은 짧은 시간에 발생하는 플라즈마로부터 복사에 의한 면적가열이 이루어지는 것으로, 내부 물질의 유전(dielectric) 특성에 영향을 받지 않는 장점이 있다. 그러나, 마이크로파를 플라즈마로 전환하는 장치가 필요하고, 대상물질의 내부가 가열되지 않으므로 열전도도가 낮고 열팽창 계수가 큰 물질 가열시 물질의 내부와 외부의 큰 온도구배로 인하여 물질에 균열이 발생하는 단점이 있다.

[0010] 상기 다양한 가열방식으로 수행될 수 있는 탄화과정과 흑연화과정은 탄소섬유의 제조과정에서 가장 긴 제조시간과 생산비용이 소요되어 탄소섬유 제조비용이 증가되는 주요요인으로 작용하고 있다.

[0011] 따라서, 상기 기존 가열방식의 단점을 해소하면서 열효율을 증대시켜 탄소섬유 제조비용을 절감할 수 있는 방법에 대한 연구가 필요한 실정이다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0012] 이에 본 발명의 하이브리드 탄소섬유 제조방법은,
- [0013] 탄소섬유 생산과정에서 에너지 소모가 가장 많은 탄화과정 및 흑연화 과정에서 가열방식으로 외부가열과 마이크로파 플라즈마 가열 및 마이크로파 가열을 도입하여, 무산소 또는 환원 분위기에서 1개 토크 이상의 안정화된 전구체 섬유에 외부가열과 마이크로파 플라즈마 가열 및 마이크로파 가열을 순차적 또는 복합적으로 가하게 함으로써, 가열시간을 단축시키고 열효율을 극대화하여 탄소섬유와 흑연섬유를 생산하는 방법의 제공을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0014] 상기 과제를 해소하기 위한 본 발명의 하이브리드 탄소섬유 제조방법은,
- [0015] 안정화된 전구체 섬유를 무산소 또는 환원 분위기의 회분식 열분해챔버에서 열분해가 이루어지도록 가열하는 탄화과정과 흑연화과정을 포함하는 탄소섬유를 제조하는 방법에 있어서, 상기 탄화과정과 흑연화과정은, 회분식 열분해챔버를 가열하여 내부의 전구체섬유로 열전달이 이루어지는 외부가열과, 회분식 열분해챔버 내부에 형성시킨 마이크로파 플라즈마의 복사열로 가열하는 마이크로파 플라즈마가열을 순차적 또는 동시에 실행하여 섬유의 유전손실탄젠트를 증가시키는 유전손실탄젠트증가단계와; 상기 유전손실탄젠트가 증가된 섬유에 마이크로파 가열로 내부체적을 직접 가열하는 내부체적가열단계;로 이루어지는 것을 특징으로 한다.
- [0016] 또한, 상기 유전손실탄젠트증가단계에서는 외부가열과 마이크로파 플라즈마 가열이 동시에 이루어질 수 있다.

발명의 효과

- [0017] 이상에서 상세히 기술한 바와 같이 본 발명의 하이브리드 탄소섬유 제조방법은,
- [0018] 탄소섬유 생산과정에서 에너지 소모가 가장 많은 탄화과정 및 흑연화 과정에서 가열방식으로 외부가열과 마이크로파 플라즈마 가열 및 마이크로파 가열을 도입하여, 하이브리드 가열이 이루어지도록 하였다. 즉, 외부가열로 전구체섬유의 내외부 온도구배차를 최소화하고, 마이크로파 플라즈마가열에 의해 유전손실탄젠트가 증가되도록 하고, 마이크로파 가열에 의해 내부 체적에 대한 고온가열이 이루어지도록 함으로써 섬유가 파손되지 않고 신속한 탄소섬유와 흑연섬유를 생산할 수 있어 에너지효율을 극대화하면서 생산비용을 절감하는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

- [0019] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 하이브리드 탄소섬유의 탄화 흑연화과정을 도시한 블록도이다.
- 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 회분식 열분해챔버를 도시한 개략도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0020] 이하에서는 본 발명을 첨부된 도면과 함께 상세히 설명하기로 한다.
- [0021] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 하이브리드 탄소섬유의 탄화 흑연화과정을 도시한 블록도이다.
- [0022] 도시된 바와같이 본 발명에 따른 하이브리드 탄소섬유 제조방법은 안정화된 전구체섬유를 무산소 또는 환원 분위기의 회분식 열분해챔버에서 탄화과정 또는 흑연화과정을 통해 탄소섬유(본 발명에서는 탄소섬유와 흑연섬유를 총칭하여 탄소섬유라 함)를 제조한다.
- [0023] 상기 탄화과정은 1200~2500℃의 온도로 열처리하는 과정이고, 흑연화과정은 2500℃ 이상의 온도로 열처리하는 과정이다. 상기 탄화과정을 통해 수취한 탄소섬유는 전구체섬유 중량 대비 약 50%의 중량을 갖는다. 또한, 흑연

화과정을 통해 탄소섭유의 인장탄성계수를 증가시키게 된다.

- [0024] 이와같은 탄화과정과 흑연화과정은 하나의 회분식 열분해챔버에서 이루어지며 먼저 유전손실탄젠트증가단계가 수행된다.
- [0025] 상기 유전손실탄젠트증가단계는 마이크로파 흡수능력을 증대시키기 위한 단계로, 외부가열과 마이크로파 플라즈마 가열을 순차적으로 사용 또는 동시에 복합적으로 사용하여 열분해를 통해 전구체 섭유의 조직이 탄화되어 마이크로파 흡수능이 증가하며 유전손실 탄젠트(dielectric loss tangent)가 증가된다. 탄화물이 마이크로파를 흡수하여 열에너지로 전환, 즉 발열하는 현상은 Maxwell-Wagner 효과에 의하여 설명된다.
- [0026] 여기서 상기 전구체 섭유는 레이온(rayon) 계열, 피치(pitch) 계열, 폴리아크릴로니트릴(polyacrylonitrile) 계열, 셀룰로오스(cellulose) 계열을 포함하는 유기성 섭유 중 어느 하나를 사용한다.
- [0027] 상기 외부가열은 화석연료를 연소시켜 발생한 열을 전달하거나, 전기에 의해 발생된 열을 전달하는 것이다.
- [0028] 또한, 상기 마이크로파 플라즈마는 질소, 아르곤, 헬륨, 수소를 포함하는 가스 중 어느 하나 또는 이들의 혼합가스를 플라즈마생성가스로 하고, 이에 마이크로파를 가하여 생성된다. 그리고 상기 마이크로파플라즈마 형성을 위해 가해지는 마이크로파는 0.1 KHz 내지 350 GHz 주파수를 갖도록 하고, 탄소섭유 1g당 0.1 W 내지 1000 W 로 출력한다.
- [0029] 상기 유전손실탄젠트를 증가시킨 섭유에는 내부체적가열단계가 수행된다. 본 단계에서는 섭유에 마이크로파를 조사하여 내부체적에 대해 직접 고온으로 가열하여 탄화 및/또는 흑연화가 이루어지도록 한다. 이 때 상기 조사되는 마이크로파도 0.1 KHz 내지 350 GHz 주파수를 갖도록 하고, 탄소섭유 1g당 0.1 W 내지 1000 W 로 출력한다.
- [0030] 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 회분식 열분해챔버를 도시한 개략도이다.
- [0031] 도시된 바와같이 열분해챔버(10)는 내부 수용공간에 전구체섭유를 담은 권취롤(20)이 안치된다.
- [0032] 또한, 상기 열분해챔버(10) 외부에는 열을 전달하는 수단이 형성된다. 상기 열전달수단으로는 연소열, 전열 또는 가열자켓을 이용하여 열분해챔버 벽면에 직접 열이 전달되도록 하여 가열된 열분해챔버의 벽면열이 전구체섭유로 전달되도록 한다.
- [0033] 아울러 상기 열분해챔버 내부 일측에는 마이크로파를 생성하고 생성된 마이크로파의 밀도를 높여 전달하는 도파관(30)이 연결되며, 상기 도파관에서 마이크로파가 고밀도로 집결되는 부분에는 플라즈마형성가스를 통과시켜 마이크로파 조사에 의해 플라즈마(31)가 형성되도록 한다.
- [0034] 그리고 상기 열분해챔버(10) 내면에는 마그네트론(40)이 설치되어 전구체섭유에 직접 마이크로파를 조사하도록 한다.
- [0035] 상기한 바와같은 구조를 갖는 열분해챔버(10)는 일단 열분해챔버내에 전구체섭유를 담은 권취롤(20)을 안치하고 무산소 또는 환원분위기를 조성한다.
- [0036] 다음으로 외부로부터 열분해챔버(10)를 가열하는 외부가열을 수행하여 열분해챔버 내의 온도를 상승시킨다. 상기 외부가열은 내부에 안치된 전구체섭유의 섭유조직을 변화시켜 유전손실탄젠트를 증가시키기 위한 것이다.
- [0037] 상기 외부가열 방식은 열분해챔버를 통해 내부의 전구체섭유로 열을 전달함으로써 열효율이 낮은 단점이 있다.
- [0038] 따라서, 신속한 가열을 위해 마이크로파 플라즈마 가열방식을 더 수행할 수 있으며, 상기 마이크로파 플라즈마 가열방식은 외부가열방식과 함께 진행되거나, 외부가열방식을 수행한 다음 가열이 이루어지도록 진행할 수 있다.
- [0039] 상기 마이크로파 플라즈마를 발생시키기 위해서는 마이크로파를 발생시키고 도파관(30)에 안내되면서 마이크로파의 밀도를 증가시켜 열분해챔버내로 도달하게 한다. 이 때 상기 고밀도의 마이크로파에 가스공급관(32)을 통해 공급되는 플라즈마생성가스를 통과시킴으로써 고열의 플라즈마(31)가 형성되도록 한다. 이와같이 플라즈마가 형성되면 플라즈마의 고온 복사열이 전구체섭유에 전달되면서 짧은 시간내에 유전손실탄젠트를 증가시킬 수 있다.

도면2

