



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2014년03월12일  
 (11) 등록번호 10-1372012  
 (24) 등록일자 2014년03월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
 D01F 9/145 (2006.01) D01F 9/155 (2006.01)  
 D01F 9/15 (2006.01) D01D 5/08 (2006.01)  
 (21) 출원번호 10-2012-0021945  
 (22) 출원일자 2012년03월02일  
 심사청구일자 2012년03월02일  
 (65) 공개번호 10-2013-0100588  
 (43) 공개일자 2013년09월11일  
 (56) 선행기술조사문헌  
 JP2000345435 A  
 JP09217236 A  
 KR1019920010266 B1  
 JP06158433 A

(73) 특허권자  
 오씨아이 주식회사  
 서울특별시 중구 소공로 94 (소공동)  
 (72) 발명자  
 윤광의  
 서울시 용산구 한강로동 용산파크 e편한세상  
 101-1702  
 김학천  
 경기 용인시 수지구 신봉2로 26, 122동 703호 (신봉동, LG신봉자이1차아파트)  
 (뒷면에 계속)  
 (74) 대리인  
 특허법인 대아

전체 청구항 수 : 총 9 항

심사관 : 최봉돈

(54) 발명의 명칭 **고강도 고탄성 피치계 등방성 탄소섬유 및 그 제조 방법**

**(57) 요약**

본 발명은 석유 또는 석탄계의 등방성 피치로부터 용융방사된 피치섬유를 2단계로 불용화하고 탄화시킴으로써 인장강도 및 탄성율을 동시에 만족할 수 있는 연속상의 피치계 등방성 탄소섬유에 관한 것으로, 종래의 피치계 등방성 탄소섬유가 나타낼 수 있는 부직포 형태의 응용한계를 벗어나 금속, 탄소, 세라믹 등의 복합재료로서 경량 구조재료, 고온 단열재, 패키징 또는 엔지니어링 플라스틱의 보강재료 등 응용범위가 넓어 다양한 부분에 적용될 수 있는 고강도 고탄성 피치계 등방성 탄소섬유 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

**대표도** - 도1



(72) 발명자

**이현철**

경기 광주시 회안대로 350-25, 101동 1306호 (태전동, 쌍용1단지아파트)

**이주형**

경기 성남시 중원구 자혜로17번길 16, 106동 307호 (은행동, 현대아파트)

**엄인호**

인천 연수구 경원대로119번길 21, 104동 302호 (동춘동, 풍림2차아파트)

**양세인**

경기 성남시 분당구 정자일로 210, 101동 903호 (정자동, 동양정자파라곤)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	R0000686
부처명	지식경제부
연구사업명	지역첨단부품소재 육성사업
연구과제명	석탄계 등방성 탄소섬유소재 및 단열재 응용기술 개발
기여율	1/1
주관기관	오씨아이 주식회사
연구기간	2011.09.01 ~ 2016.08.31

---

**특허청구의 범위**

**청구항 1**

삭제

**청구항 2**

삭제

**청구항 3**

삭제

**청구항 4**

등방성 피치를 용융방사하여, 연속상의 모노필라멘트를 포함하는 피치섬유를 제조하는 1단계;

상기 피치섬유를 제1 불용화시키는 제2 단계;

상기 제2 단계에서 불용화된 피치 섬유를 100% 내지 200%의 연신율로 연신하면서 제2 불용화시키는 제3 단계; 및

상기 제3 단계에서 불용화된 섬유를 탄화시켜 연속상의 탄소섬유를 제조하는 제4 단계를 포함하는 피치계 등방성 탄소섬유의 제조 방법.

**청구항 5**

제 4 항에 있어서, 상기 제 1 단계에서 권취 속도는 200 ~ 2000 m/min인 것을 특징으로 하는 피치계 등방성 탄소섬유의 제조방법.

**청구항 6**

제 4 항에 있어서, 상기 제 2 단계에서 제 1 불용화 온도는 150 ~ 280 ℃인 것을 특징으로 하는 피치계 등방성 탄소섬유의 제조방법.

**청구항 7**

제 4 항에 있어서, 상기 제 3 단계에서 제 2 불용화 온도는 250 ~ 350 ℃인 것을 특징으로 하는 피치계 등방성 탄소섬유의 제조방법.

**청구항 8**

제 4 항에 있어서, 상기 제 2 단계 및 제 3 단계에서 산화성 기체를 주입하는 것을 특징으로 하는 피치계 등방성 탄소섬유의 제조방법.

**청구항 9**

제 8 항에 있어서, 상기 산화성 기체는 산소, 오존, 공기, 질소산화물, 할로겐 또는 아황산가스 중 선택되는 어느 하나 이상인 것을 특징으로 하는 피치계 등방성 탄소섬유의 제조방법.

**청구항 10**

제 8 항에 있어서, 상기 산화성 기체의 농도는 20 ~ 100 vol%인 것을 특징으로 하는 피치계 등방성 탄소섬유의 제조방법.

**청구항 11**

제 4 항에 있어서, 상기 제 3 단계에서 피치섬유의 산소함유량은 전체 6 ~ 9 vol%인 것을 특징으로 하는 피치계 등방성 탄소섬유의 제조방법.

**청구항 12**

제 4 항에 있어서, 상기 제 4 단계에서 탄화 과정의 온도는 800 ~ 1500 ℃이며, 승온 속도는 5 ~ 20 ℃/min인 것을 특징으로 하는 피치계 등방성 탄소섬유의 제조방법.

**명세서**

**기술분야**

[0001] 본 발명은 석유 또는 석탄계의 등방성 피치로부터 용융방사된 피치섬유를 2단계로 불용화하고 탄화시킴으로써 인장강도 및 탄성율을 동시에 만족할 수 있는 연속상의 피치계 등방성 탄소섬유에 관한 것으로, 종래의 피치계 등방성 탄소섬유가 나타낼 수 있는 부직포 형태의 응용한계를 벗어나 금속, 탄소, 세라믹 등의 복합재료로서 경량구조재료, 고온 단열재, 패키징 또는 엔지니어링 플라스틱의 보강재료 등 응용범위가 넓어 다양한 부분에 적용될 수 있는 고강도 고탄성 피치계 등방성 탄소섬유 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

**배경기술**

[0002] 일반적인 탄소섬유의 제조방법은 탄소섬유의 출발물질인 폴리아크릴로 나이트릴(polyacrylonitrile), 석유 또는 석탄계 피치(등방성 또는 이방성), 페놀(phenol)수지 등을 열 용융시켜 용융방사(melt spinning) 혹은 용융분사방사(melt blown spinning)를 하거나 용매에 용해시켜 용액방사(solution spinning)하여 탄소섬유 전구체인 유기섬유를 얻는다. 특히 석유 또는 석탄계 피치로부터 생성된 등방성 탄소섬유는 각종 전극재, 복합재료용 필러, 단열재 등으로 이용되며 낮은 가격과 높은 생산성 및 간단한 제조방법 등의 장점을 가지고 있다.

[0003] 피치계 탄소섬유는 피치의 광학적 상태에 따라 이방성(mesophase)과 등방성으로 구분된다. 피치계에서 고성능의 탄소섬유를 제조하기 위해서는 이방성을 함유하는 피치를 사용하는 것이 필수적인 것으로 알려져 있다. 이방성을 함유하지 않는 피치, 즉 광학적으로 등방성(等方性)인 피치는 고성능의 탄소섬유를 얻지 못하고, 이를테면 범용(汎用)의 등급 밖에 얻지 못하는 것으로 알려져 있다. 또한 피치계 탄소섬유는 용융방사 또는 용융 분사 방사를 통해 얻어지는데 이방성 피치의 경우는 용융방사법을 사용할 수 있다. 등방성 피치의 경우는 보통 용융 분사 방사법으로 방사되며 용융 분사 방사는 PAN 탄소섬유나 이방성(mesophase) 탄소섬유 같이 연속섬유가 아닌 섬유길이가 짧은 단섬유 매트형태로 제조되며 제조된 피치섬유 매트는 안정화(혹은 불용화), 탄화 공정 등을 거쳐서 탄소섬유 부직포 형태로 제조된다. 등방성 탄소섬유는 이방성과 비교하여 탄성률이 낮기 때문에 단섬유끼리의 얽힘은 비교적 양호하지만, 단섬유의 인장 강도는 낮다. 절곡이나 꼬임에 대하여 취약하고, 그의 꼬임 횡수도 면사 등에 비하면 적기 때문에 인장 강도가 높지 않다. 따라서 등방성 탄소섬유는 연속사를 제조하기 어렵다고 알려져 있다.

[0004] 이방성 피치의 경우 축합다환(多環)방향족 평면분자가 평행으로 배열된 적층(積層)구조를 형성하고 있으며, 용융방사의 과정에서 그 적층구조가 섬유축에 평행으로 배열되기 쉽지만 일반적으로 높은 온도에서 장시간 처리하기 때문에 용융방사의 과정에 있어서, 휘놀린 불용분의 증대, 분해가스의 발생 등 열적인 변질이 일어나는 등의 문제가 생긴다. 특히 100%의 이방성으로 이루어진 피치의 경우에는 고온에서 처리시간이 길고, 연화점 또한 높기 때문에 상기의 문제는 현저하다.

[0005] 또한 이방성과 등방성이 혼합되어 존재하는 피치의 경우에는, 규칙적으로 배열된 구성분자와 불규칙한 구성분자의 불균일한 혼합물인 결과로 인해서 섬유의 사절현상이 일어나는 등의 균일한 용융방사가 곤란하게 된다. 따라서 상기의 문제를 해결하기 위해 이방성을 함유하지 않은 등방성의 균일한 피치를 원료로 한 고강도 및 고탄성의 탄소섬유에 대한 개발이 필요한 실정이다.

[0006] 최근에는 용융방사 및 용융 분사 방사된 유기섬유의 경우, 불용화 조건과 최종 탄소섬유의 특성 및 구조와의 관계에 대해서는 많은 연구가 행해져 왔으며 불용화 조건에 따른 최종 탄소섬유의 모폴로지(morphology) 제어도 가능하게 되었다. 예를 들면, 나프탈렌(naphthalene)에서 유도된 메조페이스 피치(mesophase pitch, NMP)로부터 제조된 피치섬유의 섬유경이 30~40 $\mu$ m로 큰 경우, 불용화 조건에 의해 섬유표면에서 안정화되어 탄화를 행하더라도 섬유는 용융되지 않지만 섬유중심에서는 용융이 일어나 중공사가 형성되는 것이 알려져 있고, 섬유직경이 30 $\mu$ m 이하의 경우 표피와 내부구조가 상이한 2중 구조가 생성되는 것이 알려져 있다. 또한 NMP로부터 용융 분사

방사(melt-blown spinning)하여 제조된 평균직경 10 $\mu$ m의 이방성 피치섬유를 불용화할 때 승온속도를 조절하여 섬유의 단면구조를 라디알(radial) 및 라디알-랜덤(radial-random), 스킨코어(skin-core) 등으로 제어하는 것도 알려진 바 있다.

- [0007] 한편 탄소섬유 제조 공정 중에서 안정화공정 혹은 불용화 공정은 열가소성 섬유를 열경화성 섬유로 변화시켜 후속공정인 고온 탄화 또는 흑연화 공정에서 섬유의 용착 및 용융을 방지하기 위해서 섬유를 표면으로부터 산화 처리하는 과정으로 가장 긴 시간을 요구하며 불용화 상태에 따라 탄소섬유의 강도에 영향을 미친다.
- [0008] 종래 이러한 피치섬유를 이용한 고성능 탄소섬유의 제조에 관하여 한국공개특허 제1984-0002038호에는 이방성을 함유하지 않은 광학적으로 등방성이고 특정의 반사율을 가진 피치를 원료로 해서 고성능의 탄소섬유를 제조하는 방법에 대해서 제안되어 있으나 이 방법은 특정의 반사율을 가진 피치를 제조하기 어렵고 제조 수율이 낮아 경제적이지 못한 단점이 있다.
- [0009] 또한 한국공개특허 제1987-0011290호에는 광학적 이방성 성분으로 구성된 탄소질 피치를 방사하고 탄소질 피치 섬유를 산화분위기에 위치하여 외표층부만 산화시키고 상기 탄소질 피치섬유의 외표층부를 선택적으로 안정 및 불용화시켜 탄화소성하여 섬유의 내부가 외표층부보다 적어도 10 % 이상 더 큰 결정자의 평균크기를 가지는 탄소섬유를 제조하는 방법에 관해 제안되어 있다. 그러나 이 방법은 탄소질 피치섬유의 외표층부만을 선택적으로 안정 및 불용화시킴으로써 섬유의 용착을 방지하고 탄소섬유의 고탄성률에만 초점을 두고 있다.
- [0010] 일반적인 이방성 피치를 이용한 고강도, 고탄성, 탄소섬유 제조 시 산화안정화 또는 불용화 방법으로 안정화 공정 중 장력(tension)을 인가하여 분자구조가 일축 방향으로 배열하도록 하여 섬유의 강도를 증가시킬 수 있으나 등방성 피치는 용융 분사 방사(melt-blown spinning)로 제조되어 연속적인 필라멘트사를 제조할 수 없기 때문에 장력을 인가하기가 곤란하다. 따라서 단섬유 상태의 탄소섬유를 불용화 시에, 온도구배가 발생할 경우 발열반응으로 인하여 섬유간 부분적인 용착 및 용융이 생겨 탄소섬유를 제조하기 곤란하다는 단점이 있다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

- [0011] 피치계 등방성 탄소섬유는 분자구조가 랜덤하게 분포되어 있고 강도가 약해 쉽게 부서지는 단점이 있어 연속적으로 섬유 제조가 어려워 통상 용융 분사 방사법을 통해 단섬유 부직포 형태로 제조된다. 따라서 제조된 탄소섬유는 범용의 등급으로 그 응용범위에 한계가 있고 강도도 약해 구조용으로 쓰기 어려운 단점이 있다.
- [0012] 이에 본 발명에서는 위와 같은 문제를 해결하고자 등방성 피치를 용융방사한 연속상의 피치섬유에 2단계의 불용화 공정을 적용함으로써, 인장강도 및 탄성률을 동시에 만족한다는 사실을 알게되어 발명을 완성하였다.
- [0013] 따라서 본 발명의 목적은 등방성 피치로부터 용융방사된 피치섬유를 방사하여 불용화하고 탄화시켜서된 연속상의 탄소섬유로 이루어진 피치계 등방성 탄소섬유를 제공하는데 있다.
- [0014] 본 발명의 또 다른 목적은 인장강도와 탄성률을 동시에 만족하는 피치계 등방성 탄소섬유를 제공하는데 있다.

**과제의 해결 수단**

- [0015] 본 발명은 등방성 피치로부터 용융방사된 피치섬유를 방사하여 불용화하고 탄화시켜서된 연속상의 탄소섬유로 이루어진 피치계 등방성 탄소섬유를 제공한다.
- [0016] 또한 본 발명은 피치계 등방성 탄소섬유를 제조하는 방법으로써,
- [0017] 등방성 피치를 용융방사하여 피치섬유를 제조하는 제 1 단계;
- [0018] 상기 단계에서 제조된 피치섬유를 제 1 불용화시키는 제 2 단계;
- [0019] 상기 단계에서 불용화된 피치섬유를 방사하여 제 2 불용화시키는 제 3 단계; 및
- [0020] 상기 단계에서 불용화된 섬유를 탄화시켜 탄소섬유를 제조하는 제 4 단계;

[0021] 를 포함하는 피치계 등방성 탄소섬유의 제조방법을 제공한다.

**발명의 효과**

[0022] 본 발명에 따르면, 등방성 피치로부터 용융방사된 피치섬유를 2단계로 연신 및 불용화하고 탄화시킴으로써 인장 강도나 탄성율이 우수한 연속상의 피치계 등방성 탄소섬유를 제조할 수 있다.

[0023] 또한 종래의 피치계 등방성 탄소섬유가 나타낼 수 있는 부직포 형태의 응용한계를 벗어나 금속, 탄소, 세라믹 등의 복합재료로서 경량구조재료, 고온 단열재, 패키징 또는 엔지니어링 플라스틱의 보강재료 등 응용범위가 넓어 다양한 부분에 적용될 수 있다.

**도면의 간단한 설명**

[0024] 도 1은 피치계 등방성 탄소섬유의 공정도를 나타낸 것이다.

도 2는 피치계 등방성 피치섬유의 제 1 불용화 공정을 나타낸 것이다.

도 3은 피치계 등방성 피치섬유의 제 2 불용화 및 탄화 공정을 나타낸 것이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0025] 이하에서는 본 발명을 하나의 구현예로써 더욱 자세하게 설명하겠다.

[0026] 본 발명은 등방성 피치로부터 용융방사된 피치섬유를 방사하여 불용화하고 탄화시켜서된 연속상의 탄소섬유로 이루어진 피치계 등방성 탄소섬유를 특징으로 한다.

[0027] 상기 등방성 피치는 석유계 피치, 석탄계 피치 또는 화학계 피치 중 선택되는 어느 하나 이상인 것을 사용할 수 있다. 이때 석유계 피치로는 석유 정제 공정으로부터 얻어지는 각종 유분의 잔류물들 예를 들면 상압 증류 잔류물, 진공 증류 잔류물, 접촉 분해 잔류물 등이 있으며 석탄계 피치는 석탄의 건류에 의해서 얻어지는 콜타르이며,  $\alpha$ -비투멘,  $\beta$ -비투멘 및 화학적 타르 등을 사용할 수 있다. 또한 화학계 피치로서는 예를 들면 폴리에틸렌, 폴리프로필렌 등의 폴리올레핀, 폴리비닐클로라이드 등의 중합물질의 열분해에 의하여 생성된 잔류물 등이 있다. 가장 바람직하기로는 석탄계 콜타르 피치인 것이 좋으며 등방성이고 연화점이 상대적으로 높은 피치를 사용하는 것이 좋다. 또한 석탄계 피치의 경우 퀴놀린 불용분(Quinoline Insoluble)의 함량은 낮을수록 좋다.

[0028] 한편 본 발명은 등방성 피치를 용융방사하여 피치섬유를 제조하는 제 1 단계;

[0029] 상기 단계에서 제조된 피치섬유를 제 1 불용화시키는 제 2 단계;

[0030] 상기 단계에서 불용화된 피치섬유를 방사하여 제 2 불용화시키는 제 3 단계; 및

[0031] 상기 단계에서 불용화된 섬유를 탄화시켜 탄소섬유를 제조하는 제 4 단계;

[0032] 를 포함하는 방법으로 피치계 등방성 탄소섬유를 제조한다.

[0033] 상기 제 1 단계에서 권취 속도는 200 ~ 2000 m/min인 것이 바람직하며 통상 용융방사 온도는 피치의 연화점보다 30 ~ 60 °C 정도 높게 설정한다. 방사되는 피치섬유는 모노필라멘트 또는 복수 개의 모노필라멘트들로 이루어진 필라멘트 다발로 되어있는 토우 등으로 방사될 수 있으며 용융방사되어 얻어지는 피치 섬유는 물에 감긴 채로 제 1 불용화시키는 단계를 거친다.

[0034] 상기 제 2 단계에서 제 1 불용화 온도는 150 ~ 280 °C인 것이 바람직한데 상기 단계에서 용융방사된 피치섬유가 연화 또는 변형하지 않는 온도 조건하에서 실시하는 것이 바람직하다. 제 1 불용화시키는 단계는 물에 열을 가하여 진행되고 처리시간은 통상 5 분 ~ 15 시간 동안 처리될 수 있다.

[0035] 상기 제 3 단계에서 연속적으로 불용화 오븐을 통과하면서 제 2 불용화 온도는 250 ~ 350 °C인 것이 바람직하며 가장 바람직하기로는 280~320°C의 온도로 가열하는 것이 좋으며 온도 구간을 설정하여 구간마다 온도를 다르게

행할 수도 있다. 2단계의 불용화 공정 중 최고 도달온도는 보다 낮은 것이 바람직하지만 처리시간에 비례하여 조절될 수 있다. 제 1 불용화된 피치섬유는 롤러에 감겨지거나 상자 등에 담겨진 후 불용화 오븐으로 공급되며 섬유에 장력 인가를 위해 롤러에 감는 것이 좋다. (도 2 참조)

[0036] 상기 불용화 처리 중 피치섬유는 불용화 오븐을 통과하는 도중 장력을 인가하여 연신되어진다. 이때 연신율이 100 ~ 200 %인 것이 바람직하다. 연신율이 100 %보다 낮은 범위에서 피치섬유에 연신을 거의 행하지 않고 불용화 오븐을 통과하는 경우 섬유의 직경이 상대적으로 큰 단점이 있으며 이로 인해 균일한 불용화가 이루어지지 않아 고강도의 섬유를 얻을 수 없고, 연신율이 200 %보다 높을 경우 섬유의 사절이 일어날 수 있다. 가장 바람직하게는 120 ~ 150 %로 연신될 수 있다. 섬유에 가해지는 장력은 피치섬유를 풀어주는 롤러와 불용화 오븐을 통과하여 감아지는 롤러의 속도를 달리하여 인가될 수 있다. 장력을 인가하는 롤러는 오븐 안에 다수의 롤러를 설치하고 각 롤러의 속도를 달리하여 행해질 수 있다.

[0037] 또한 상기 제 2 단계 및 제 3 단계에서 불용화 처리 중 불용화 오븐 안으로 산화성 기체를 불어 넣어 불용화시킬 수 있다. 상기 산화성 기체는 산소, 오존, 공기, 질소산화물, 할로젠 또는 아황산가스 중 선택되는 어느 하나 이상인 것을 혼합하여 사용할 수 있다. 이때 상기 산화성 기체의 농도는 20 ~ 100 vol%에서 불용화 처리가 실시되며 처리시간은 통상 5분 ~ 10시간 동안 처리될 수 있다.

[0038] 상기 제 3 단계에서 불용화 처리 시 피치섬유의 산소함유량이 전체 6 ~ 9 vol% 일 때 불용화 처리를 끝내는 것이 좋다. 피치섬유 중의 산소 함유량이 6 vol%보다 작은 경우 산소원자에 의한 가교결합의 불충분으로 섬유가 용해되거나 응축될 수 있으며 탄화수율이 저하되거나 탄소섬유의 물성에 악영향을 미칠 수 있다. 또한 피치섬유 중의 산소 함유량이 9 vol%보다 많아 불용화를 과도하게 행할 경우 섬유 표면에 결함이 생길 확률이 높아지고 산화에 의한 탄소섬유의 수율이 안 좋아질 수 있으므로 바람직하지 않다.

[0039] 상기 제 4 단계에서 불용화 처리된 피치섬유는 불활성가스 분위기 하에서 탄화 혹은 필요에 따라 흑연화를 행하고, 탄소섬유를 얻을 수 있다. 탄화 과정의 온도는 800 ~ 1,500 °C에서 1분 ~ 3시간 동안 진행될 수 있다. 만일, 상기 탄화가 800 °C 보다 낮은 온도에서 수행될 경우에는 탄소구조를 갖는 탄소섬유가 되지 않는 문제가 있으며, 1500 °C 보다 높은 온도에서 수행될 경우에는 탄소섬유라기보다는 흑연(graphite)섬유로 전환되어 생산비가 증가되는 문제점이 있다. 가장 바람직하게는 1,000~1,200 °C에서 1 ~ 40분 동안 불용화된 섬유를 가열함으로써 수행될 수 있다. 상기 탄화과정에서 승온 속도는 5 ~ 20 °C/min인 것이 바람직하며 가장 바람직하게는 10 ~ 20 °C/min인 것이 좋다. (도 3 참조)

[0040] 상기 1, 2, 3 및 4 단계에 의해 제조된 고강도 고탄성의 피치계 등방성 탄소섬유는 제 1 불용화 과정을 거쳐 인장강도 및 탄성률이 향상된 피치 섬유를 제조하고, 제조된 피치섬유는 제 2 불용화 과정을 거치면서 연신 및 탄화하여 인장강도가 1000 ~ 1200 MPa이고 탄성률이 40 ~ 45 GPa 인 우수한 연속상의 탄소섬유를 제조할 수 있다.

[0041] 이하 본 발명을 실시예에 의거하여 더욱 상세히 설명하겠는바, 본 발명이 다음 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0042] 실시예 1

[0043] 연화점 280 °C인 100 wt% 등방성 피치를 용융방사하고 500 m/min의 속도로 권취하여 피치섬유를 제조하였다. 롤러에 감기면서 방사된 피치섬유를 260 °C로 가열하여 1시간 동안 제 1 불용화 과정을 행하였다. 롤에 감겨있는 제 1 불용화 처리된 피치섬유를 안정화 오븐에서 1°C/min의 속도로 280 ~ 320°C의 불용화 온도하에 연신율 100 %로 불용화 처리를 행하였다. 불용화된 섬유는 10 ~ 20 °C/min의 승온 속도로 1000°C에서 10분 동안 탄화로에서 탄화하여 탄화수율이 75% 이상인 탄소섬유를 제조하였다. 또한 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 다음 표 1과 같이 제 1 불용화 온도 및 연신율의 조건을 달리하여 탄소섬유를 제조하였다.

표 1

	제 1 불용화 온도(°C)	제 2 불용화 온도(°C)	연신율 (%)	산소함유량 (vol%)
실시예 1	260	280~320	100	7
실시예 2	260	280~320	110	0
실시예 3	260	280~320	130	0
실시예 4	260	280~320	150	0

실시예 5	260	280~320	170	0
실시예 6	280	280~320	100	7
실시예 7	280	280~320	110	7
실시예 8	280	280~320	130	8
실시예 9	280	280~320	150	9
실시예 10	280	280~320	170	0

[0045] 비교예 1

[0046] 실시예 1과 같은 등방성 피치를 용융방사하고 1000 m/min의 속도로 권취하여 피치섬유를 제조하였다. 물리에 감긴 방사된 피치섬유를 안정화 오븐에서 제 1 불용화 과정을 행하지 않고 1℃/min의 속도로 150 ~ 320 ℃의 불용화 온도하에 제 2 불용화 과정을 행하여 실시예 1과 같은 조건으로 탄화하여 탄소섬유를 제조하였다. 또한 비교예 1과 동일한 방법으로 다음 표 2와 같이 제 2 불용화 온도 및 연신율의 조건을 달리하여 탄소섬유를 제조하였다.

표 2

[0047]

	제 1 불용화 온도(℃)	제 2 불용화 온도(℃)	연신율 (%)	산소함유량 (vol%)
비교예 1	-	150~320	0	7
비교예 2	-	280~320	0	5
비교예 3	-	150~320	110	0
비교예 4	-	150~320	0	8

[0048] 실험예 1

[0049] 상기 실시예 1 ~ 10 및 상기 비교예 1 ~ 4에서 제조된 탄소섬유의 평균 섬유직경, 인장강도, 탄성률은 다음 표3과 같다. 표 3의 실험결과를 구체적으로 비교해 보면, 실시예 1 ~ 5에서 불용화가 제대로 이루어지지 않아 탄소섬유가 용착되거나 사절되는 현상이 발생한 것을 확인할 수 있다. 또한 실시예 6 ~ 9에서는 제 1 불용화 온도가 280 ℃에서 연신율이 100 ~ 150 % 일 때, 실시예 9와 같이 산소함유량이 9 vol%이고 평균 섬유직경이 13 μm의 범위에서 인장강도가 1160 MPa 이며 탄성률이 45 GPa의 고강도 및 고탄성을 가지는 피치계 등방성 탄소섬유의 제조가 가능함을 확인할 수 있다.

표 3

[0050]

	제 1 불용화 온도(°)	제 2 불용화 온도(°)	연신율 (%)	산소함유량 (vol%)	평균 섬유직경(°)	인장강도(°)	탄성률(°)
실시예 1	260	280~320	100	7	용착	0	0
실시예 2	260	280~320	110	0	사절	0	0
실시예 3	260	280~320	130	0	사절	0	0
실시예 4	260	280~320	150	0	사절	0	0
실시예 5	260	280~320	170	0	사절	0	0
실시예 6	280	280~320	100	7	20	550	30
실시예 7	280	280~320	110	7	18	750	35
실시예 8	280	280~320	130	8	15	980	42
실시예 9	280	280~320	150	9	13	1160	45
실시예 10	280	280~320	170	0	사절	0	0
비교예 1	-	150~320	0	7	18	680	32
비교예 2	-	280~320	0	5	용착	0	0
비교예 3	-	150~320	110	0	사절	0	0
비교예 4	-	150~320	0	8	13	780	37

[0051] 또한 비교예 1 ~ 4의 경우, 비교예 1 및 4에서 제 1 불용화 공정을 행하지 않고 제 2 불용화 공정온도가 150 ~ 320 ℃이며 연신율이 0 %일 때 산소함유량이 6 ~ 9 vol%이고 평균 섬유직경이 10 ~ 17 μm의 범위에서 인장강도가 600 ~ 900 MPa이며 탄성률이 30 ~ 40 GPa를 가지는 피치계 등방성 탄소섬유를 제조할 수 있다. 그러나 상기

비교예 1 및 4는 실시예 9의 경우와 비교했을 때 인장강도 및 탄성률이 높지 않다는 것을 확인할 수 있다.

[0052]

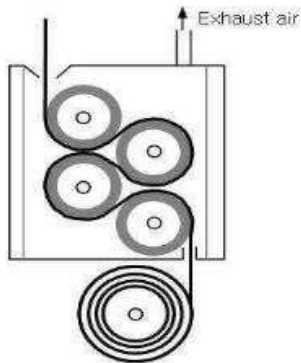
따라서 위 실험결과에서 알 수 있듯이 실시예 9는 실시예 및 비교예의 어느 경우와 비교하여도 우수한 효과를 나타내어 최적의 고강도 고탄성의 등방성 탄소섬유를 제조할 수 있는 조건임을 확인할 수 있었다.

도면

도면1



도면2



도면3

