



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0001611
(43) 공개일자 2018년01월05일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D01F 9/155 (2006.01) D01D 10/02 (2006.01)
D01D 5/00 (2006.01) D06M 10/00 (2006.01)

(52) CPC특허분류
D01F 9/155 (2013.01)
D01D 10/02 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2016-0079007

(22) 출원일자 2016년06월24일

심사청구일자 2016년06월24일

(71) 출원인

충남대학교산학협력단

대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)

(72) 발명자

이영석

대전광역시 유성구 엑스포로 448, 506동 901호(전민동, 엑스포아파트)

박미선

충청북도 증평군 증평읍 장뜰로 110, 105동 105호(삼일아파트)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

이동희

전체 청구항 수 : 총 6 항

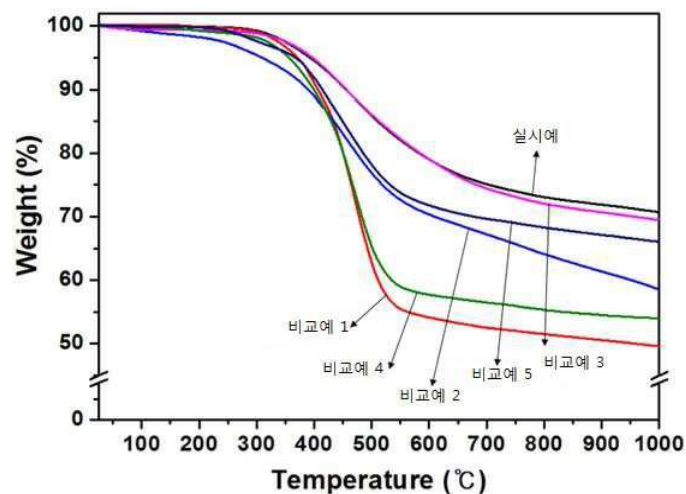
(54) 발명의 명칭 전자선 조사후 열처리에 의하여 물리적 성질이 향상된 탄소섬유의 제조방법

(57) 요약

전자선 조사후 열처리에 의하여 물리적 특성이 향상된 탄소섬유의 제조방법이 개시된다.

본 발명의 일례에 의한 탄소섬유의 제조방법은, 석유화학 부산물로부터 얻어지는 피치를 방사하여 피치섬유를 제조하는 제1단계; 상기 제1단계에서 제조되는 피치섬유에 전자선을 조사하는 제2단계; 상기 제2단계에서 전자선이 조사된 피치섬유를 열처리하여 피치섬유를 안정화시키는 제3단계; 및 상기 제3단계에서 안정화된 피치섬유를 열처리하여 탄소섬유를 제조하는 제4단계를 포함하여 이루어진다.

대표도 - 도2



(52) CPC특허분류

D01D 5/0015 (2013.01)

D06M 10/003 (2013.01)

D06M 10/008 (2013.01)

D10B 2101/12 (2013.01)

D10B 2401/063 (2013.01)

D10B 2401/16 (2013.01)

(72) 발명자

이상민

전라북도 군산시 축동로 10, 5동 306호(수송동, 동
신아파트)

정민정

대전광역시 유성구 온천북로33번길 21-13 402호 (
봉명동, 명일시티)

명세서

청구범위

청구항 1

석유화학 부산물로부터 얻어지는 피치를 방사하여 피치섬유를 제조하는 제1단계;

상기 제1단계에서 제조되는 피치섬유에 전자선을 조사하는 제2단계;

상기 제2단계에서 전자선이 조사된 피치섬유를 열처리하여 피치섬유를 안정화시키는 제3단계; 및

상기 제3단계에서 안정화된 피치섬유를 열처리하여 탄소섬유를 제조하는 제4단계를 포함하여 이루어지는 물리적 특성이 향상된 탄소섬유의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 제1단계에서 제조되는 피치섬유는 그 직경이 10 내지 30 μ m인 것을 특징으로 하는 물리적 특성이 향상된 탄소섬유의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 제2단계에서 이루어지는 전자선 조사는, 1회당 전자선 조사량이 10 내지 30kGy, 총 전자선 조사량이 1000 내지 3000kGy가 되도록 이루어지는 것을 특징으로 하는 물리적 특성이 향상된 탄소섬유의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 제3단계의 열처리는 산소 분위기 또는 공기 분위기에서 이루어지며, 200 내지 300℃의 범위에서 1 내지 4 시간 동안 이루어지는 것을 특징으로 하는 물리적 특성이 향상된 탄소섬유의 제조방법.

청구항 5

제4항에 있어서,

상기 상기 열처리는 250℃에서 이루어지는 것을 특징으로 하는 물리적 특성이 향상된 탄소섬유의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 제4단계의 열처리는 비활성 가스 분위기 하에서 이루어지며, 900 내지 1500℃의 범위에서 0.5 내지 2시간 동안 이루어지는 것을 특징으로 하는 물리적 특성이 향상된 탄소섬유의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 물리적 특성이 향상된 탄소섬유의 제조방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 피치를 섬유형태로 제조한 다음, 열처리를 하기 전에 전자선 조사를 수행함으로써, 종래보다 낮은 온도에서 안정화가 진행될 수 있도록 함과 동시에, 제조되는 탄소섬유의 물리적 특성을 향상시킬 수 있는 전자선 조사후 열처리에 의하여 물리적 성질이 향상된 탄소섬유의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 탄소섬유는 탄소 육각망면이 적층체를 이루는 결정자로 구성되어 있으며, 탄소원자의 sp^2 혼성궤도 결합과 열처리에 따른 결정자의 배향으로부터 우수한 인장강도, 탄성계수, 화학적 안정성, 전기전도성, 낮은 열팽창 계수 등의 특징을 지니고 있다. 특히, 고성능 탄소섬유는 인장강도 및 탄성계수와 같은 재료의 역학적 특성을 중시한 복합재료 강화용 섬유이며 스포츠, 레이 산업뿐만 아니라 토목건축 분야, 에너지 분야, 자동차 분야, 항공우주 분야 등 다양한 분야에 폭넓게 적용되고 있다. 덕분에 지난 10년 간 탄소섬유의 생산량도 15,000 톤에서 40,000 톤까지 증가하였다.

[0003] 탄소섬유는 폴리아크릴로니트릴(polyacrylonitrile, 이하 PAN), 석유계·석탄계 탄화수소잔류물인 피치(pitch) 또는 레이온으로부터 제조될 수 있으며, 지금까지 생산성이 우수한 PAN계 탄소섬유가 주로 생산되어 왔다. 그러나 PAN계 탄소섬유는 단가가 높기 때문에 스포츠·레이용품처럼 대량 배급품에 적용하기에는 경제적으로 한계가 있다. 이에 따라 최근에는 낮은 원료 가격과 높은 생산성을 지닌 피치계 탄소섬유가 PAN계 탄소섬유 대체재로 떠오르고 있다.

[0004] 피치계 탄소섬유 생산 시 중요한 것은 석탄 또는 석유계 잔사유로부터 가방성 피치로의 개질과 고온 열처리 전 피치섬유의 안정화이다. 잔사유의 개질은 저분자량의 물질을 휘발시키거나 중축합하여 높은 분자량 및 좁은 분자량분포를 갖는 피치를 제조하는 것이다. 이 때 제조된 피치의 분자량이 작으면 방사 시 질사가 일어나 섬유형태 유지가 어렵고, 분자량 분포가 좁으면 방사된 섬유의 표면이 매끄럽지 않고 직경이 균일하지 않기 때문에 잔사유의 개질이 중요하다. 안정화는 피치섬유 표면과 내부에 산소기능기를 제공하여 추후 고온 열처리 시 섬유가 녹지 않고 섬유형태를 유지하도록 하는 공정이다. 피치섬유의 안정화는 최종 탄소섬유의 기계적 성능을 결정짓기 때문에 탄소섬유 제조에 있어 매우 중요한 단계이다. 종래의 안정화는 300°C 가 넘는 고온과 긴 시간이 필요하였으며, 이는 탄소섬유의 높은 생산원가의 원인이 되어 왔다. 또한 종래의 경우 300°C 가 넘는 고온과 긴 시간동안 안정화를 진행하였음에도 피치섬유 표면과 내부에 충분한 산소기능기가 도입되지 않아 최종적으로 제조되는 탄소섬유의 물리적 성질을 저하시키는 문제가 있었다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본 발명의 발명자들은 최종적으로 제조되는 탄소섬유의 물리적 성질을 향상시키고, 피치섬유의 안정화를 보다 용이하고 효율적으로 할 수 있는 방안에 관하여 연구를 진행한 결과, 피치섬유를 열처리하기 전에 전자선을 조사함으로써 종래보다 낮은 온도와 짧은 시간에서 안정화가 가능함을 확인하였고, 또한 종래보다 낮은 온도와 짧은 시간동안 열처리에 의한 안정화를 하여도 종래에 비하여 피치섬유 표면과 내부에 많은 산소기능기를 도입할 수 있음을 확인하였다.

[0006] 즉, 본 발명은 상술한 종래의 문제점을 해결하기 위하여 안출된 것으로서, 열처리 이전에 전자선 조사를 수행하여, 종래에 비하여 낮은 온도와 짧은 시간동안 안정화를 가능하게 하여 에너지 소모를 줄이면서도, 최종적으로 제조되는 탄소섬유의 물리적 특성을 향상시킬수 있는 탄소섬유의 제조방법을 제공하는 것을 주된 목적으로 한다.

[0007] 본 발명의 목적을 상술한 것에 한정되지 않으며, 언급되지 아니한 다른 목적들은 아래의 기재로부터 통상의 기술자에게 명확하게 이해되어질 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

[0008] 상술한 목적을 달성하기 위하여 본 발명은, 전자선 조사후 열처리에 의하여 물리적 성질이 향상된 탄소섬유의 제조방법을 제공하는데, 본 발명의 일례에 의한 탄소섬유의 제조방법은, 석유화학 부산물로부터 얻어지는 피치를 방사하여 피치섬유를 제조하는 제1단계; 상기 제1단계에서 제조되는 피치섬유에 전자선을 조사하는 제2단계; 상기 제2단계에서 전자선이 조사된 피치섬유를 열처리하여 피치섬유를 안정화시키는 제3단계; 및 상기 제3단계

에서 안정화된 피치섬유를 열처리하여 탄소섬유를 제조하는 제4단계를 포함하여 이루어진다.

- [0009] 상기 제1단계에서 제조되는 피치섬유는 그 직경이 10 내지 30 μ m인 것이 바람직하다.
- [0010] 상기 제2단계에서 이루어지는 전자선 조사는, 1회당 전자선 조사량이 10 내지 30kGy, 총 전자선 조사량이 1000 내지 3000kGy가 되도록 이루어지는 것이 바람직하다.
- [0011] 상기 제3단계의 열처리는 산소 분위기 또는 공기 분위기에서 이루어지며, 200 내지 300℃의 범위에서 1 내지 4 시간 동안 이루어지는 것이 바람직하다.
- [0012] 상기 제4단계의 열처리는 비활성 가스 분위기 하에서 이루어지며, 900 내지 1500℃의 범위에서 0.5 내지 2시간 동안 이루어지는 것이 바람직하다.

발명의 효과

- [0013] 상술한 본 발명에 의한 경우, 열처리 이전에 전자선 조사를 수행함으로써, 종래보다 낮은 온도와 짧은 시간동안 열처리를 통한 안정화가 가능하다.
- [0014] 또한 본 발명에 의한 경우 종래보다 낮은 온도와 짧은 시간동안 열처리에 의한 안정화를 하여도 종래에 비하여 피치섬유 표면과 내부에 많은 산소기능기를 도입할 수 있다.
- [0015] 또한 본 발명에 의하여 최종적으로 제조되는 탄소섬유는 종래에 비하여 우수한 물리적 성질을 가지게 되는 효과가 있다.
- [0016] 본 발명의 효과는 상술한 것에 한정되지 않으며, 언급되지 아니한 다른 효과들은 아래의 기재로부터 통상의 기술자에게 명확하게 이해되어 질 수 있을 것이다.

도면의 간단한 설명

- [0017] 도 1은 본 발명의 실시예 및 비교예에 따른 피치섬유의 FT-IR 밴드를 비교한 그래프이다.
- 도 2는 본 발명의 실시예 및 비교예에 따른 피치섬유의 TGA 곡선을 비교한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0018] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명을 상세하게 설명한다.
- [0019] 본 발명은 전자선 조사후 열처리에 의하여 물리적 성질이 향상된 탄소섬유의 제조방법을 제공하는데, 본 발명의 일례에 의한 탄소섬유의 제조방법은, 석유화학 부산물로부터 얻어지는 피치를 전기방사하여 피치섬유를 제조하는 제1단계; 상기 제1단계에서 제조되는 피치섬유에 전자선을 조사하는 제2단계; 상기 제2단계에서 전자선이 조사된 피치섬유를 열처리하여 피치섬유를 안정화시키는 제3단계; 및 상기 제3단계에서 안정화된 피치섬유를 열처리하여 탄소섬유를 제조하는 제4단계를 포함하여 이루어진다.
- [0020] 본 발명에 의한 피치섬유는 석유화학 부산물로부터 얻어지는 피치를 활용하게 된다. 상기 석유화학 부산물은 열분해 연료유(Pyrolysis Fuel Oil, PFO), 납사 크래킹 잔사유(naphtha cracking bottoms oil, NCB), 유동촉매 증질유(fluidized catalytic cracking decant-oil, FCC-DO), 증질류(heavy crude), 초중질유(extract heavy crude), 감압잔사유(vacuum residue), 상압 잔사유 및 오일샌드 비투맨으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0021] 상기 제1단계에서 제조되는 피치섬유는 그 직경이 10 내지 30 μ m인 것이 바람직하다. 제조된 피치섬유는 이후의 단계에서 전자선 조사 및 열처리의 과정을 거치게 되는데, 피치섬유의 직경이 10 μ m 미만일 경우에는 이후의 단계에서 섬유가 파손될 가능성이 있어 바람직하지 않으며, 피치섬유의 직경이 30 μ m를 초과하는 경우에는, 전자선 조사에 의한 영향이 섬유 내부까지 미치기에 한계가 있으며, 따라서 최종적으로 제조되는 탄소섬유 물성의 불균일 및 저하가 발생할 우려가 있어 바람직하지 않다.
- [0022] 상기 제1단계를 통하여 제조된 피치섬유는 트레일러를 구비한 전자선 가속기에서 전자선을 조사하는 과정을 거치게 된다. 전자선을 조사하기 위한 전자선 가속기 자체는 공지 기술이므로 이의 상세한 설명은 생략한다. 본 발명에 적합한 전자선 가속기의 운전 조건은 1 내지 2 MeV의 전자에너지 및 10 내지 20mA의 전류가 발생하도록 조절되는 것이 바람직하다. 전자선 가속기의 전자에너지 및 전류가 상기 하한치 미만일 경우에는 전자선이 미약하여 그 효과를 기대하기 어렵고, 전자선 가속기의 전자에너지 및 전류가 상기 상한치를 초과하는 경우에는

섬유가 녹거나 타버리는 현상이 발생할 우려가 있어 바람직하지 않다.

[0023] 또한 상기 트레이일러에 올려지는 피치섬유는 그 높이가 5cm 이하인 것이 바람직한데, 높이가 5cm를 초과하는 경우에는 전자선이 제일 아래부분까지 도달하지 못하여, 전자선 조사에 의한 효과를 기대하기 어려울 우려가 있어 바람직하지 않다.

[0024] 또한 전자선 조사는, 1회당 전자선 조사량이 10 내지 30kGy, 총 전자선 조사량이 1000 내지 3000kGy가 되도록 이루어지는 것이 바람직하다. 1회당 전자선 조사량이 10kGy 미만일 경우에는 전자선 조사가 미약하여 전자선 조사에 의한 효과를 기대하기 어려울 우려와 더불어 전체 공정시간이 길어지게 되어 바람직하지 않고, 1회당 전자선 조사량이 30kGy를 초과하는 경우에는 피치섬유가 녹아버릴 우려가 있어 바람직하지 않다. 또한 총 전자선 조사량이 1000kGy 미만일 경우에는 전자선 조사에 의한 효과를 달성하기 어려울 우려가 있어 바람직하지 않고, 총 전자선 조사량이 3000kGy를 초과하는 경우에는 피치섬유가 녹아버릴 우려가 있어 바람직하지 않다.

[0025] 전자선 조사가 완료된 피치섬유는 다음 단계에서 1차 열처리하는 과정을 거치게 된다. 상기 1차 열처리는 피치섬유의 탈수소 및 산소 도입을 통한 섬유의 안정화를 위하여 수행된다. 따라서 상기 열처리는 산소 분위기 또는 공기 분위기 하에서 이루어지며, 200 내지 300℃의 범위에서 1 내지 4시간 동안 이루어지는 것이 바람직하다. 열처리 온도 및 시간이 상기 하한치 미만일 경우에는 피치섬유와 산소와의 반응이 충분치 못하여 피치섬유의 안정화가 미흡할 우려가 있어 바람직하지 않고, 열처리 온도 및 시간이 상기 상한치를 초과하는 경우에는 피치섬유와 산소의 과반응이 발생하여 섬유가 파손될 우려가 있어 바람직하지 않다.

[0026] 상기와 같이 1차 열처리를 통하여 안정화된 피치섬유는, 최종적으로 2차 열처리되어 탄소섬유로 변환된다. 상기 2차 열처리는 피치섬유를 탄화시키는 과정으로서, 불순물의 배제를 위하여 비활성 가스 분위기 하에서 이루어진다. 상기 2차 열처리는 900 내지 1500℃의 범위에서 0.5 내지 2시간 동안 이루어지는 것이 바람직한데, 2차 열처리 온도 및 시간이 상기 하한치 미만일 경우에는 탄소 이외의 다른 원소가 불순물로 존재할 우려와 더불어 탄소 결정자의 성장이 충분히 이루어지지 않을 우려가 있어 바람직하지 않고, 열처리 온도 및 시간이 상기 상한치를 초과하는 경우에는 과도한 에너지의 공급으로 탄소섬유의 구조가 변형되어 물성이 저하될 우려가 있어 바람직하지 않다.

[0027] 즉, 상술한 바와 같은 본 발명은, 특정 직경의 피치섬유를 제조하고, 상기 피치섬유에 적합한 강도의 전자선을 조사하여 피치섬유를 활성화시켜, 이후 1차 열처리 과정에서 종래에 비하여 낮은 온도 및 짧은 시간에서도 산소와의 충분한 반응이 일어나도록 조절하고, 최종적으로 2차 열처리하여 우수한 물리적 성질을 가지는 탄소섬유를 제조하게 되는 것이다.

[0028] 이하 실시예 및 시험예를 통하여 본 발명을 더욱 상세하게 설명한다.

[0029] 실시예 : 전자선 조사 및 1차 열처리된 피치섬유

[0030] 열분해 연료유(Pyrolysis Fuel Oil, PFO)로 부터 얻어진 피치를 방사하여 평균직경이 25 μ m인 피치섬유를 제조하였다. 피치섬유 5g을 전자선 가속기 트레이일러 위에 높이가 4cm가 되도록 얹고, 이동 시 섬유가 날아가지 않도록 100 μ m의 얇은 두께를 갖는 호일 판으로 덮었다. 트레이일러는 10m/min의 이동속도로 이동하도록 조절하였고, 방사선 가속기에 1.14MeV의 전자에너지와 15.2mA의 전류를 흘려주어 전자선 조사 1회당 20kGy의 흡수선량이 되도록 조절하였다. 최종적으로 피치섬유에 2400kGy의 전자선이 조사되었다. 전자선 조사가 완료된 피치섬유를 박스형 산화로에 넣고 1℃/min의 승온속도로 250℃까지 온도를 올려 2시간 동안 유지한 후 상온까지 자연 냉각하였다. 열처리 시 공기를 500cc/min의 속도로 흘려주었다.

[0031] 비교예 1

[0032] 실시예 1에서 제조된 피치섬유를 비교예 1로 선정하였다. 즉, 전자선 조사 및 열처리가 이루어지지 않은 순수한 피치섬유를 비교예 1로 하였다.

[0033] 비교예 2

[0034] 전자선 조사가 생략된 것을 제외하고는 실시예와 동일한 처리 과정을 거친 피치섬유를 비교예 2로 선정하였다.

[0035] 비교예 3

[0036] 전자선 조사를 하지 않고, 열처리된 피치섬유를 비교예 3으로 하였다. 열처리 조건은 실시예와 다르게 1℃/min의 승온속도로 350℃까지 온도를 올려 2시간 동안 유지한 후 상온까지 자연 냉각하였다. 열처리 시 공기를 500cc/min의 속도로 흘려주었다.

[0037] 비교예 4

[0038] 열처리를 하지 않은 것을 제외하고는 실시예와 동일한 처리 과정을 거친 피치섬유를 비교예 4로 하였다. 즉, 전자선 조사만 이루어진 피치섬유를 비교예 4로 하였다.

[0039] 비교예 5

[0040] 실시예와 다르게 열처리를 먼저한 다음, 전자선 조사를 한 피치섬유를 비교예 5로 하였다. 열처리 및 전자선 조사의 조건은 실시예와 동일하게 하였다.

[0041] 피치섬유의 구성원소 및 화학적 구조 평가

[0042] 안정화 조건에 따른 피치섬유의 원소변화를 알아보기 위하여 원소분석기(EA 1112, Thermo Fisher Scientific, USA)를 이용하여 원소분석을 실시하였다. 피치섬유의 화학구조를 살펴보기 위하여 적외선분광법(fourier-transform infrared spectroscopy, FT-IR)을 실시하였으며, 적외선분광기(FTS-175C, Bio-Rad Laboratories, Cambridge Inc., USA)를 이용하여 3800-450 cm^{-1} 의 파장 영역에서 스캔하였다.

[0043] 상술한 실시예 및 비교예에 의한 피치섬유의 원소분석 결과를 하기의 표 1에 정리하였다.

[0044] [표 1] 피치섬유의 원소분석 결과

구분	원소분석 (wt%)			
	C	H	O	N
실시예	84.46	3.92	11.28	0.34
비교예 1	93.68	3.07	1.13	2.12
비교예 2	91.83	5.27	2.33	0.57
비교예 3	83.55	3.72	10.63	2.1
비교예 4	93.64	4.73	1.31	0.32
비교예 5	91.89	2.98	3.29	1.84

[0045]

[0046] 앞서 설명하였듯이 피치섬유 내 탈수소 반응과 산소의 도입에 의하여 피치섬유의 안정화가 이루어진다. 비교예 2와 비교예 3에 의한 피치섬유의 원소분석 결과, 피치섬유를 열처리만으로 안정화했을 때는 350℃ 이상에서 열처리를 진행해야 10wt% 이상의 산소 원소의 도입이 일어남을 확인하였다. 이에 반해 실시예에 의한 피치섬유의 경우에는 보다 낮은 온도인 250℃에서 열처리를 하였음에도 11.23wt%의 산소가 도입된 것을 확인할 수 있었다. 이로부터 피치섬유에 전자선 조사가 진행되는 경우 낮은 온도에서도 피치섬유의 안정화가 충분히 일어나고, 열처리만 진행했을 때보다 더 많은 양의 산소가 도입되는 것을 확인할 수 있었다. 반면, 비교예 4와 비교예 5의 결과로부터 피치섬유에 전자선만 조사하거나 열처리 후 전자선을 조사하는 경우, 오히려 피치섬유에 도입되는 산소의 양이 줄거나 별반 차이가 없는 것을 확인하였다.

[0047] 상술한 실시예 및 비교예의 화학적 구조 평가 결과를 도 1에 나타내었다. 비교예 3(350℃에서 열처리된 피치섬유)의 경우, 2950 cm^{-1} 에서 나타나는 지방족 C-H의 신축흡수 밴드가 비교예 1(피치섬유)에 비해 줄어들었다. 게다가 피치섬유에는 존재하지 않는 1715 cm^{-1} 의 카르보닐 그룹(C=O)의 신축흡수 밴드가 나타나며, 1250 cm^{-1} 의 에테르 결합을 나타내는 흡수 밴드가 증가했다. 이는 피치섬유를 구성하고 있는 고분자의 탈수소 반응이 열안정화 시 일어나고, 섬유 속으로 산소가 침투했음을 의미한다. 따라서 피치섬유의 안정화는 열처리만 실시할 경우 350℃ 이하에서는 미흡하고, 350℃ 이상에서는 산소에 의하여 피치 섬유를 구성하고 있는 고분자 물질 중 측쇄 나프텐환과 알릴집합체를 연결하는 메틸렌기가 안정화 과정 중 도입된 산소에 의하여 카보닐기로 전환되고, 에테르 가교결합에 의하여 불용화가 달성된 것으로 판단된다. 이러한 현상은 유일하게 실시예에서만 발견되었는데, 이는 전자선 조사 후에는 250℃와 같은 낮은 온도에서도 피치섬유의 안정화가 진행되었다는 것을 보여준다.

[0048] 피치섬유의 안정화도 평가

[0049] 실시예 및 비교예에 따라 안정화된 피치섬유의 열적 특성을 열분석기 (TGA/DSC 1; Mettler-Toledo Inc., Korea)를 이용하여 질소 및 공기 분위기 하에서 10℃/min의 승온속도로 25-1000℃ 에서 관찰하고 이의 결과를 도 2에 나타내었다.

[0050] 도 3의 결과에서 확인할 수 있듯이 실시예에 의한 피치섬유가 모든 온도에서 탄화 수율이 가장 우수함을 확인할 수 있었다. 즉, 전자선 조사 후 열처리를 실시할 경우 보다 낮은 온도로 열처리를 하여도 피치섬유의 열적 특성이 증가하는 것을 확인할 수 있었다.

[0051] 탄소섬유의 물리적 특성 평가

[0052] 실시예 및 비교예에 의하여 제조 및 처리된 피치섬유를 5℃/min의 승온속도로 1000℃까지 올려 1시간 동안 열처리를 진행하여 탄소섬유를 제조하였다. 열처리 과정 중에는 99.99%의 질소가스를 계속해서 흘려주었다. 상기와 같이 제조된 탄소섬유도 그 재료가 되는 피치섬유에 따라 동일하게 명명하였다. 즉, 실시예의 피치섬유에 의하여 제조된 탄소섬유를 실시예로, 비교예 1에 의한 피치섬유에 의하여 제조된 탄소섬유를 비교예 1로 명명하였다.

[0053] 실시예 및 비교예에 의한 탄소섬유의 인장강도를 측정하여 하기의 표 2에 나타냈었다.

[0054] 탄소섬유의 인장강도는 21cN의 하중을 가진 단섬유측정 장비(FAVIMAT+, Texttechno, Germany)를 이용하여 KS K 0412의 규정에 준하여, 탄소섬유 한 가닥을 25mm길이의 스탬프에 고정시키고 5mm/min의 속도로 하중을 주어, 15회씩 측정하였다.

[0055] [표 2] 탄소섬유의 인장강도

구 분	인장강도 (MPa)
실 시 예	574±130
비교예 1	-
비교예 2	216±120
비교예 3	553±110
비교예 4	-
비교예 5	220±120

[0056]

[0057] 피치섬유의 안정화는 피치섬유로부터 제조되는 탄소섬유의 강도와 같은 물성에 큰 영향을 미친다. 350℃의 고온에서 안정화를 위한 열처리를 한 피치섬유를 이용하여 제조한 비교예 3에 의한 탄소섬유의 경우 553MPa의 인장강도를 나타내었고, 전자선 조사 후 250℃에서 열처리를 한 피치섬유를 이용하여 제조한 실시예에 의한 탄소섬유는 574MPa의 인장강도를 나타내었다. 또한 전자선 조사 없이 실시예와 동일하게 250℃에서 안정화를 위한 열처리를 한 피치섬유를 이용하여 제조한 비교예 2에 의한 탄소섬유의 경우 216MPa의 인장강도를 나타내었다.

[0058] 또한 250℃에서 열처리를 한 후에 전자선 조사를 한 피치섬유를 이용하여 제조된 비교예 5에 의한 탄소섬유는 220MPa의 인장강도를 나타내어 비교예 2와 차이가 별반 없음을 알 수 있었다. 즉, 전자선 조사가 열처리 이후에 수행되는 경우에는 피치섬유의 안정화 및 탄소섬유의 물성 향상에 별다른 영향을 미치지 않는 것을 파악할 수 있었다.

[0059] 상기의 결과로부터 안정화를 위하여 낮은 온도에서 열처리를 하더라도 전자선 조사가 진행되는 경우, 제조되는 탄소섬유의 물성이 향상됨을 알 수 있었다.

[0060] 비교예 1, 비교예 4의 경우, 안정화가 충분히 이루어지지 않아, 5cm 이상의 길이를 갖는 탄소섬유를 채취하기 어려워 인장강도의 측정이 불가하였다.

[0061] 또한 실시예 및 비교예에 의한 탄소섬유의 전기전도도를 측정하였다. 전기전도도는 Keithly 6514 장비를 이용하여 측정하였으며, 이의 측정 결과를 하기의 표 3에 나타내었다. 인장강도와 마찬가지로 비교예 1 및 비교예 4의 경우 유의미한 결과를 얻을 수 있는 탄소섬유의 채취가 어려워 전기전도도의 측정이 불가하였다.

[0062] [표 3] 탄소섬유의 전기전도도

구 분	전기전도도 (S/cm)
실 시 예	599.58±15.9
비 교 예 1	-
비 교 예 2	428.19±11.8
비 교 예 3	564.43±15.9
비 교 예 4	-
비 교 예 5	432.11±11.8

[0063]

[0064] 전기전도도 역시 인장강도와 마찬가지로 실시예에 의한 탄소섬유의 전기전도도가 가장 우수한 것으로 측정되었다. 탄소섬유의 전기전도도는 섬유가 가지는 결정자 배향의 영향을 많이 받는데, 전자선 조사가 선행되고 열처리에 의하여 안정화된 피치섬유를 이용하여 제조한 본 발명의 실시예에 의한 탄소섬유는 비교적 낮은 온도에서 안정화를 위한 열처리가 진행되더라도 전자선 조사의 영향으로 우수한 결정자 배향을 갖춘 것으로 판단된다.

[0065]

또한 인장강도의 경향과 마찬가지로 열처리 후에 전자선 조사를 통하여 안정화된 피치섬유를 이용하여 제조된 비교예 5에 의한 탄소섬유는 전자선 조사를 하지 않고 동일한 온도에서 열처리 만을 통하여 안정화된 피치섬유를 이용하여 제조된 비교예 2에 의한 탄소섬유와 전기전도도가 유사하게 측정이 되었다.

[0066]

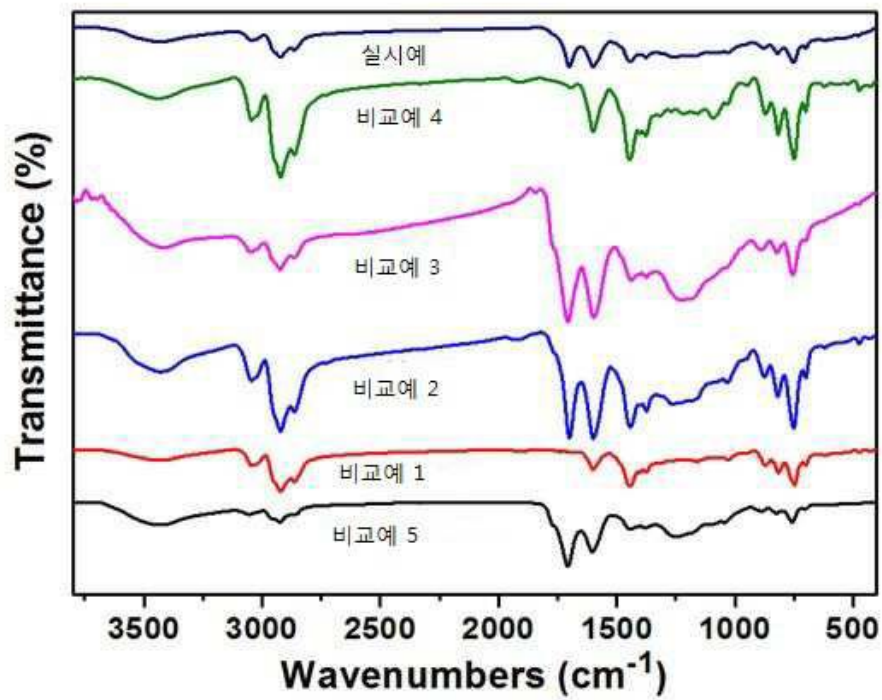
이로부터 전자선 조사가 선행되면 이후에 비교적 낮은 온도에서 열처리를 통한 안정화를 하더라도, 제조되는 탄소섬유의 전기전도도가 우수함을 확인할 수 있었다.

[0067]

앞에서 설명되고 도면에 도시된 본 발명의 실시예는 본 발명의 기술적 사상을 한정하는 것으로 해석되어서는 안 된다. 본 발명의 보호범위는 특허청구범위에 기재된 사항에 의해서만 제한되고, 본 발명의 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명의 기술적 사상을 다양한 형태로 개량 및 변경하는 것이 가능하다. 따라서, 이러한 개량 및 변경은 해당 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 자명한 것인 한 본 발명의 보호범위에 속하게 될 것이다.

도면

도면1



도면2

