(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2010-0110106
(43) 공개일자 2010년10월12일

(51) Int. Cl.
G01N 33/36 (2006.01) *G01K 1/00* (2006.01)
G01N 27/00 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2009-0028513
(22) 출원일자 2009년04월02일
심사청구일자 2009년04월02일

(71) 출원인
충남대학교산학협력단
대전광역시 유성구 궁동 220번지 충남대학교
(72) 발명자
유승곤
충청남도 서천군 서면 월호리 16-2
(74) 대리인
박창희, 김종관, 권오식

전체 청구항 수 : 총 5 항

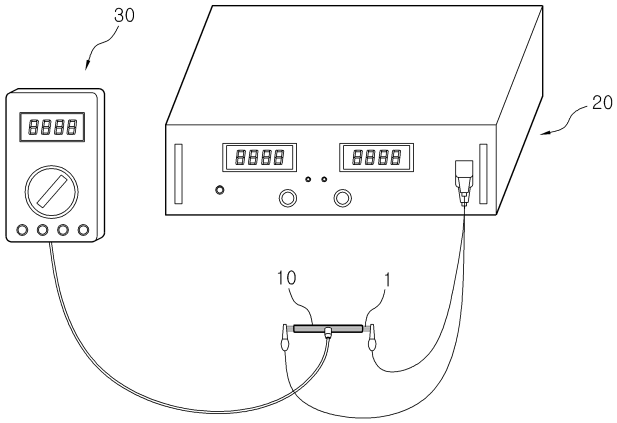
(54) 섬유 탄화도 측정장치 및 측정방법

(57) 요 약

본 발명은 탄화섬유의 탄화도를 특별히 제작한 발열온도 측정장치를 사용하여 생산현장에서 빠른 시간내에 간편하게 분석할 수 있는 섬유 탄화도 측정장치 및 측정방법에 관한 것이다.

본 발명의 섬유 탄화도 측정장치는 탄화섬유 다발(tow)을 유리관에 넣은 후 양 끝을 전압조절기에 연결하고, 유리관의 가운데에 천공된 구멍으로 노출된 탄화섬유에 정밀 저항-온도계를 연결하여 전압의 변화에 따른 발열온도를 측정하여 탄화섬유의 탄화도를 간접적으로 간편하게 짧은 시간에 분석할 수 있다.

대 표 도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

탄화섬유 다발(tow)(1)을 수용하며 중간부위에 수용된 탄화섬유 다발이 노출되도록 장공이 형성된 유리관(10);

상기 유리관(10)의 양단부에 노출된 탄화섬유 다발(1)과 연결되는 전압조절기(20);

상기 장공으로 노출된 탄화섬유 다발(1)과 연결되어 상기 전압조절기(20)의 전압조절에 의해 탄화섬유 다발(1)의 발열온도를 측정하는 저항온도계(30);

를 포함하여 이루어지며, 측정된 상기 탄화섬유 다발의 발열온도에 의해 탄화섬유 다발의 탄화도를 측정하는 것을 특징으로 하는 섬유 탄화도 측정장치.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 탄화섬유 다발(1)의 길이는 6-10 ㎝이고 직경은 4~7 ㎜이고, 상기 전압조절기의 전압조절은 1-5 V인 것을 특징으로 하는 섬유 탄화도 측정장치.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 탄화섬유 다발의 탄화도 결정을 위한 탄소함량은 하기 식으로 계산되는 것을 특징으로 하는 섬유 탄화도 측정장치.

탄소함량 (C) = 0.647 t + 0.017 T + 74.25

(t: 탄화시간(h), T: 탄화온도(℃))

청구항 4

a) 탄화섬유 다발(tow)(1)을 중간부위에 수용된 탄화섬유 다발이 노출되도록 장공이 형성된 유리관(10)에 삽입하는 단계;

b) 유리관(10)에 삽입된 탄화섬유 다발(1)의 양단부를 전압조절기(20)에 연결하고, 상기 장공으로 노출된 탄화섬유 다발(1)에 저항온도계(30)를 연결시키는 단계;

c) 상기 전압조절기(20)의 전압을 변화시켜 가며 탄화섬유 다발(1)의 발열온도를 측정하여 탄화섬유 다발의 탄화도를 측정하는 단계;

를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 섬유 탄화도 측정방법.

청구항 5

제 4 항에 있어서,

c) 단계에서 상기 탄화섬유 다발의 탄화도 결정을 위한 탄소함량은 하기 식으로 계산되는 것을 특징으로 하는 섬유 탄화도 측정방법.

탄소함량 (C) = 0.647 t + 0.017 T + 74.25

(t: 탄화시간(h), T: 탄화온도(℃))

명 세 서

발명의 상세한 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 탄화섬유의 탄화도를 특별히 제작한 발열온도 측정장치를 사용하여 생산현장에서 빠른 시간내에 간편

하게 분석할 수 있는 섬유 탄화도 측정장치 및 측정방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 탄소섬유 등 탄화섬유의 물성은 최종 탄화처리온도에 크게 의존하므로 탄화섬유를 생산하는 공정에서 탄화온도를 정기적으로 확인하는 일은 제품의 안정성 확보라는 측면에서 중요한 점검사항이다.

[0003] 탄화섬유는 탄화처리온도에 따라서 탄소의 함량과 결정화도가 다르며 이는 원소분석, XRD, Raman 분광법 등을 이용하여 확인할 수 있다. 그러나 이러한 방법들은 충분한 시간이 필요하여 실험실에서는 유용하지만 현장에서 간편하게 사용할 수는 없다는 문제점이 있다. 즉, 대량생산 제조공정 중 탄화섬유 다발의 탄화도를 간편하게 점검할 수 있는 기술적 방법은 현재까지는 확보되어 있지 않다.

[0004] 이에 따라, 탄화섬유의 탄화도를 생산현장에서 간편하게 측정할 수 있는 기술적 방법을 확립할 필요성이 요구되고 있다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

[0005] 상기한 문제점을 해결하기 위하여 안출된 것으로, 본 발명의 목적은 탄화처리온도에 따라서 탄소의 함량과 결정화도가 다른 탄화섬유의 탄화도를 현장에서 간편하게 빠른 시간 내에 측정이 가능한 섬유 탄화도 측정장치 및 측정방법을 제공하는 것이다.

과제 해결수단

[0006] 본 발명의 섬유 탄화도 측정장치는 탄화섬유 다발(tow)을 수용하며 중간부위에 수용된 탄화섬유 다발이 노출되도록 장공이 형성된 유리관(10); 상기 유리관(10)의 양단부에 노출된 탄화섬유 다발(1)과 연결되는 전압조절기(20); 상기 장공으로 노출된 탄화섬유 다발(1)과 연결되어 상기 전압조절기(20)의 전압조절에 의해 탄화섬유 다발(1)의 발열온도를 측정하는 저항온도계(30); 를 포함하여 이루어지며, 측정된 상기 탄화섬유 다발의 발열온도에 의해 탄화섬유 다발의 탄화도를 측정하는 것을 특징으로 한다.

[0007] 또한, 상기 탄화섬유 다발(1)의 길이는 6-10 cm이고 직경은 4~7 mm이고, 상기 전압조절기의 전압조절은 1-5 V인 것을 특징으로 한다.

[0008] 또, 상기 탄화섬유 다발의 탄화도 결정을 위한 탄소함량은 하기 식으로 계산되는 것을 특징으로 한다.

[0009] 탄소함량 (C) = 0.647 t + 0.017 T + 74.25

[0010] (t: 탄화시간(h), T: 탄화온도(℃))

[0011] 아울러, 본 발명의 섬유 탄화도 측정방법은 a) 탄화섬유 다발(tow)(1)을 중간부위에 수용된 탄화섬유 다발이 노출되도록 장공이 형성된 유리관(10)에 삽입하는 단계; b) 유리관(10)에 삽입된 탄화섬유 다발(1)의 양단부를 전압조절기(20)에 연결하고, 상기 장공으로 노출된 탄화섬유 다발(1)에 저항온도계(30)를 연결시키는 단계; c) 상기 전압조절기(20)의 전압을 변화시켜 가며 탄화섬유 다발(1)의 발열온도를 측정하여 탄화섬유 다발의 탄화도를 측정하는 단계; 를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 한다.

[0012] 아울러, c) 단계에서 상기 탄화섬유 다발의 탄화도 결정을 위한 탄소함량은 하기 식으로 계산되는 것을 특징으로 한다.

[0013] 탄소함량 (C) = 0.647 t + 0.017 T + 74.25

[0014] (t: 탄화시간(h), T: 탄화온도(℃))

효 과

[0015] 그동안 생산현장에서 제조된 섬유상의 탄화섬유 탄화정도를 평가하기 위하여는 실험실에서 XRD 분석장치를 사용하여 적어도 5-6 시간이 소요되었으나, 본 발명에 의한 섬유 탄화도 측정장치 및 측정방법을 이용하여 탄화섬유의 탄화도를 짧은 시간에 간접적으로 분석할 수 있으며, 현장에서 바로 측정할 수 있는 장점이 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

[0016] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명에 의한 섬유 탄화도 측정장치 및 측정방법을 상세히 설명한다.

[0017] 도 1은 본 발명에 의한 섬유 탄화도 측정장치를 나타낸 도면이다.

[0018] 본 발명에 의한 섬유 탄화도 측정장치는 탄화섬유 다발(tow)을 수용하며 중간부위에 장공이 형성된 유리관(10); 양단부에 탄화섬유 다발(1)과 연결되는 전압조절기(20); 상기 장공으로 노출된 탄화섬유 다발(1)과 연결되어 탄화섬유 다발(1)의 발열온도를 측정하는 저항온도계(30); 를 포함하여 이루어진다.

[0019] 상기 유리관(10)은 탄화섬유 다발(tow)을 수용하며 중간부위에 수용된 탄화섬유 다발이 노출되도록 장공이 형성된다. 상기 유리관(10)의 길이는 수용된 탄화섬유 다발이 전압조절기(20)와 연결되도록 하기 위해 탄화섬유 다발보다 1cm 정도 짧은 것이 바람직하다. 이때, 상기 탄화섬유 다발(1)의 길이는 6-10 cm이고 직경은 4~7 mm인 것이 바람직하다. 상기 탄화섬유 다발(1)의 길이가 너무 길면 전압조절기(20)에 의한 전압조절 범위가 커져야 하므로 적당한 길이를 갖는 것이 바람직하다.

[0020] 상기 전압조절기(20)는 상기 유리관(10)의 양단부에 노출된 탄화섬유 다발(1)과 연결된다. 상기 전압조절기(20)의 전압조절은 1-5 V인 것이 바람직하다.

[0021] 상기 저항온도계(30)는 상기 유리관(10)에 형성된 상기 장공으로 노출된 탄화섬유 다발(1)과 연결되어 상기 전압조절기(20)의 전압조절에 의해 탄화섬유 다발(1)의 발열온도를 측정한다. 측정된 상기 탄화섬유 다발의 발열온도는 탄화섬유 다발의 탄화도를 결정하는데 이용된다.

[0022] 탄화섬유 다발의 탄화도를 생산현장 즉석에서 분석하기 위하여 도 1에 도시된 섬유 탄화도 측정장치를 사용한다. 약 7-10분 동안의 발열온도를 측정하고 도 2에 도시된 탄화온도에 따른 XRD 분석에 의한 그래프를 이용하여 결정화도를 비교한다. 이때, 탄화섬유의 결정화도는 탄화온도와 탄화시간에 따라 달라지므로 본 발명에서는 탄화온도와 탄화시간을 변화시키면서 탄화섬유를 제조하고 이들의 원소분석에 의한 탄소함량, XRD 곡선들에 의한 결정화도를 분석한 후 발열온도를 측정하여 상호의 관련성을 비교한다.

[0023] 도 3a 내지 도 7b는 변수들과 탄화섬유 다발 발열온도와의 관계를 도시한 그래프이다.

[0024] 도 3a는 온도를 달리한 상태에서 1시간 동안 탄화하여 제조된 탄화섬유 다발의 발열온도를 도시한 그래프이다. 이때, 탄화섬유 다발의 질량은 0.1g(길이 6cm)이고, 전압조절기의 전압조절은 5V이다. 탄화섬유 다발의 7분 이후의 발열온도는 도 3b와 같이 탄화온도에 1차식으로 비례하여 증가함을 알 수 있다.

[0025] 도 4a는 1000℃에서 시간을 달리하여 탄화된 탄화섬유 다발의 발열온도를 도시한 그래프이다. 이때, 탄화섬유 다발의 질량은 0.1g(길이 6cm)이고, 전압조절기의 전압조절은 5V이다. 탄화섬유 다발의 7분 이후의 발열온도는 도 4b와 같이 탄화시간에 1차식으로 비례하여 증가함을 알 수 있다.

[0026] 도 5a는 1000℃에서 1시간 동안 탄화하여 제조된 탄화섬유 다발에 연결된 전압조절기의 전압을 달리하여 발열온도를 도시한 그래프이다. 이때, 탄화섬유 다발의 질량은 0.1g(길이 6cm)이고, 전압조절기의 전압조절은 5V이다.

[0027] 탄화된 탄화섬유 다발의 가해준 전압에 의해서는 도 5b와 같이 발열온도가 지수적으로 증가하였으나 평가기준을 위하여는 한가지 전압을 선택하면 된다.

[0028] 도 6a는 1000℃에서 1시간 동안 탄화하여 제조된 탄화섬유 다발의 질량별 발열온도를 도시한 그래프이다. 이때, 탄화섬유 다발의 길이는 6cm이고, 전압조절기의 전압조절은 5V이다. 도 6b와 같이 길이를 일정하게 유지할 때는 질량의 증가에 따라 발열온도가 1차식으로 비례하여 증가하였다.

[0029] 도 7a는 1000℃에서 1시간 동안 탄화하여 제조된 탄화섬유 다발의 길이별 발열온도를 도시한 그래프이다. 이때, 탄화섬유 다발의 길이는 4-10cm이고, 전압조절기의 전압조절은 5V이다. 도 7b와 같이 탄화섬유 다발의 길이를 증가시키면 질량의 증가에도 불구하고 발열온도는 반비례하여 감소함을 알 수 있다.

[0030] 탄화섬유 다발의 발열온도와 여러 가지 변수와의 상관관계를 종합적으로 설명하면 다음과 같다.

[0031] 즉, 탄화섬유의 발열온도는 탄화도, 탄소의 함량 혹은 결정화도에 비례하여 상승한다. 탄화도 혹은 탄소함량은 탄화온도와 탄화시간에 1차식으로 비례하여 증가하였다(도 3b, 도 4b). 일정한 길이를 유지할 때 발열온도는 탄화섬유의 질량에 1차식으로 비례하여 증가하였으나(도 6b), 탄화섬유 길이의 증가에 대하여는 질량의 증가에도

불구하고 1차식에 반비례하여 감소하였다(도 7b). 발열온도는 전압의 증가에 따라 지수적으로 증가하였으나(도 5b), 전압을 일정하게 유지하고 다른 변수들에 대하여 측정하면 탄화도와의 관계를 알 수 있다.

[0032] [표1]은 탄화온도와 탄화시간을 달리했을 때의 측정 및 표준화된 탄화섬유의 탄소함량값들, 그리고 이에 상응하는 표준발열온도와 결정화도를 정리한 것이다.

[0033] [표1] 측정 및 표준화된 탄화섬유의 탄소함량값, 표준발열온도 및 결정화도

탄화조건(온도-시간)	측정탄소함량(%)	표준탄소함량(%)	표준발열온도(℃) 0.1g, 6cm, 5V	표준결정화도(%)
700-1	86.80	86.80	상 온	33.65
750-1	88.07	87.65	40	34.53
800-1	88.34	88.50	64	35.41
900-1	90.07	90.19	112	37.18
1000-1	91.88	91.89	159	38.95
1000-2	92.44	92.54	166	39.33
1000-3	93.32	93.19	173	39.72
1000-4	93.82	93.83	180	40.10

[0034]

[0035] [표1]로부터 탄소함량은 탄화온도(700-1000℃)에 1차식으로 비례하여 증가하였으며 비례상수는 0.017 이었고, 탄화시간(1-4 hr)에도 1차식으로 비례하여 증가였으며 비례상수는 0.647 이었고, 이들을 조합할 때의 절편값은 74.25 이었다. 따라서 탄소함량은 앞의 탄화조건을 고려할 때, 다음의 실험식으로부터 ± 5% 이내에서 예측할 수 있다.

[0036] 탄소함량 (C) = 0.647 t + 0.017 T + 74.25

[0037] 여기에서, t는 탄화시간(1~4 시간)이고, T는 탄화온도(700-1000℃)이다.

[0038] 도 8은 탄화섬유 다발의 탄화온도와 결정화도와의 관계를 나타낸 그래프이고, 도 9는 탄화섬유 다발의 탄화시간과 결정화도와의 관계를 나타낸 그래프이다.

[0039] 결정화도는 탄화섬유 다발의 탄화온도와 탄화시간에 1차식으로 비례하여 증가함을 알 수 있다.

[0040] 본 발명의 섬유 탄화도 측정방법은 전술한 섬유 탄화도 측정장치를 이용하여 측정한다.

[0041] 먼저, 직경이 5 ㎜, 길이가 4-10 cm 이고 가운데 5 ㎜의 타원형 작은 구멍이 뚫려있는 유리관과, 전압조절기, 정밀-저항온도계를 각각 준비한다.

[0042] 여러 조건에서 생산된 일정량 탄화섬유 다발을 유리관의 길이보다 1 cm 가 길게 절단하고 무게를 정밀하게 측량한 후 유리관에 삽입하고, 양단부를 전압조절기에 연결한다. 이어서 상기 장공으로 노출된 탄화섬유 다발(1)에 저항온도계(30)를 연결한다.

[0043] 상기 전압조절기(20)의 전압을 변화시켜 가며 탄화섬유 다발(1)의 발열온도를 측정하고, 측정된 발열온도를 [표1]과 비교하여 표준화된 탄소함량과 표준화된 결정화도를 예측한다.

[0044] 다른 조건에서 탄화된 탄화섬유의 표준탄소함량과 표준발열온도는 똑같은 방법으로 예측할 수 있다.

[0045]

[0046] <실시예 1>

[0047] 산화섬유를 1000℃에서 1 시간 탄화하면 [표1]에서 탄소의 함량이 91.88% 이었다. 이를 전술한 식에 대입하면 91.89% 가 된다. 이 시료에 도 3과 같이 3 V의 전압을 걸어주면 7분에 이르러 72℃가 되고 이후 이 온도를 유지하며, 5 V의 전압을 걸어주면 역시 7분에 이르러 159℃가 되고 이후 일정한 온도를 유지하게 된다. 또한 이때에 상응하는 결정화도는 38.95% 이다.

[0048] <실시예 2>

[0049] 1000℃에서 3 시간 탄화한 탄화섬유의 5 V 에서의 발열온도를 측정하면 도 4와 같이 7분 후부터 173℃가 유지된다. [표1]로부터 이 온도에 상응하는 표준탄소함량은 93.19%가 되고 이때에 상응하는 결정화도는 39.72% 이다.

도면의 간단한 설명

[0050] 도 1은 본 발명에 의한 섬유 탄화도 측정장치를 나타낸 도면.

[0051] 도 2는 탄화온도에 따른 XRD 분석에 의한 그래프.

[0052] 도 3a 내지 도 7b는 탄화섬유 다발의 발열온도와 여러 가지 변수와의 상관관계를 도시한 그래프.

[0053] 도 8은 탄화섬유 다발의 탄화온도와 결정화도와의 관계를 나타낸 그래프.

[0054] 도 9는 탄화섬유 다발의 탄화시간과 결정화도와의 관계를 나타낸 그래프.

[0055] *도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명*

[0056] 1: 탄화섬유 다발(tow)

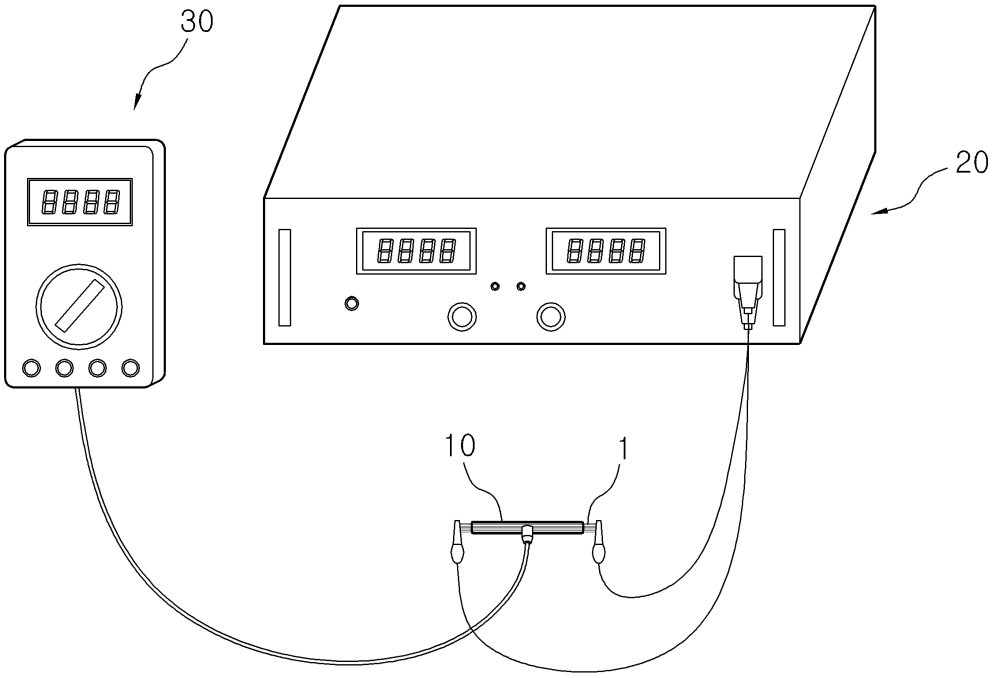
[0057] 10: 유리관

[0058] 20: 전압조절기

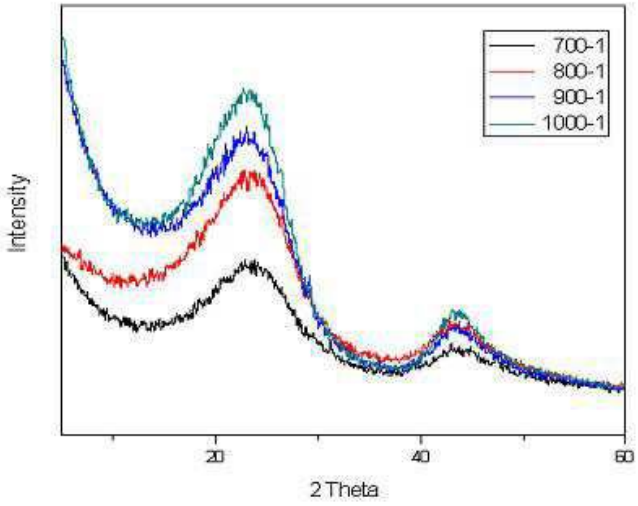
[0059] 30: 저항온도계

도면

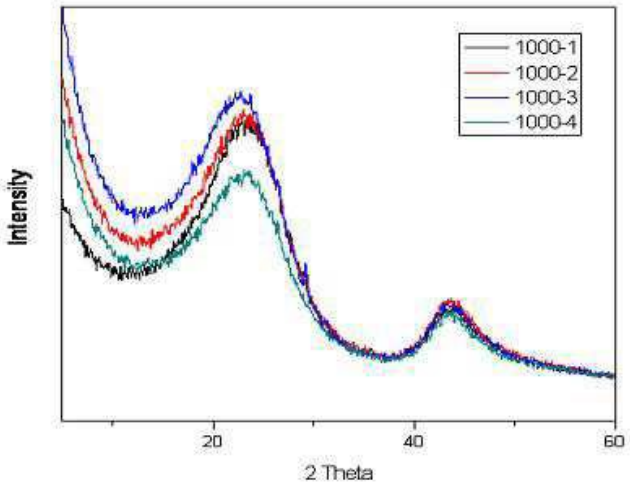
도면1



도면2

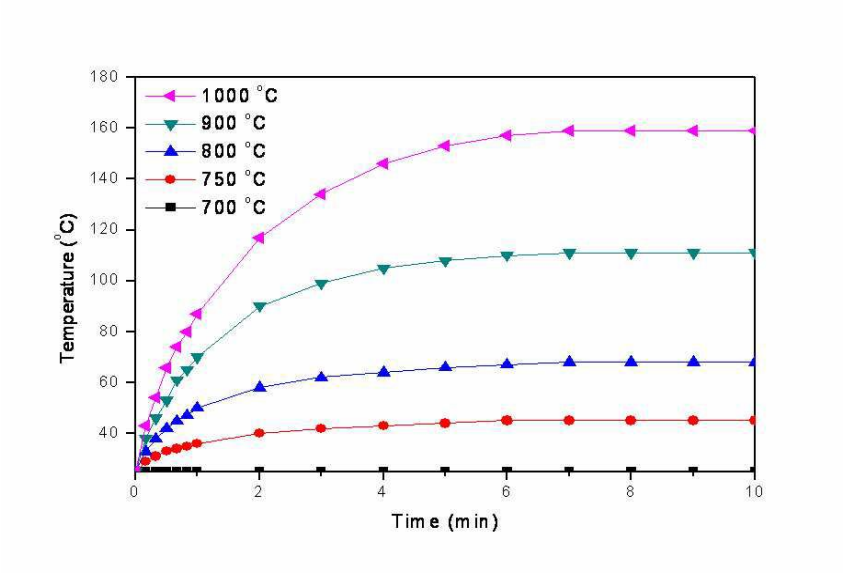

700-1
800-1
900-1
1000-1
Intensity
20
40
60
2 Theta

(a)

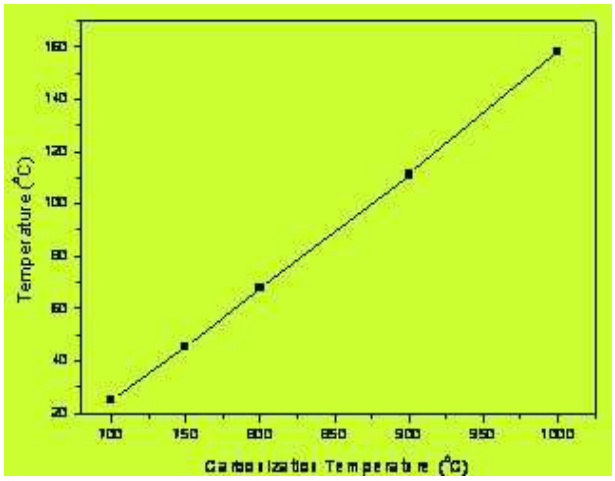

1000-1
1000-2
1000-3
1000-4
Intensity
20
40
60
2 Theta

(b)

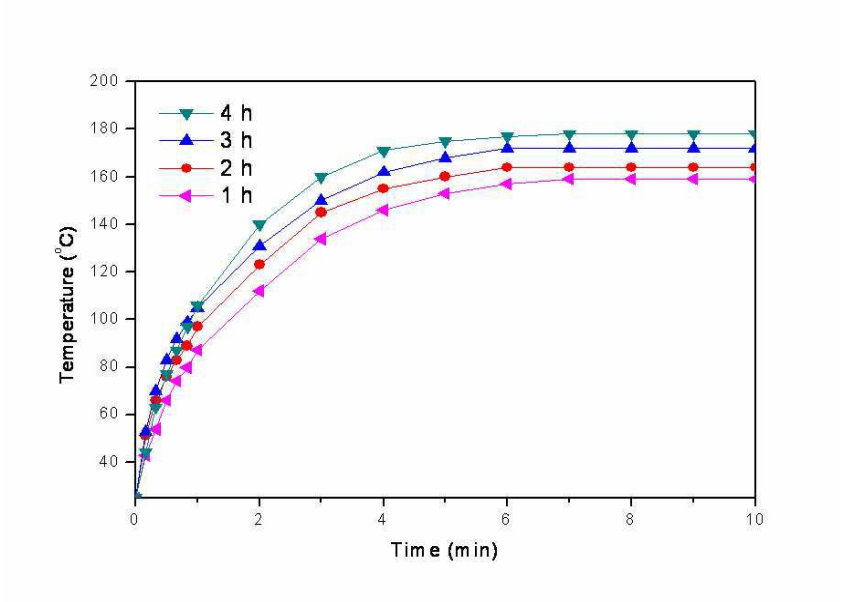
도면3a


1000 °C
900 °C
800 °C
750 °C
700 °C
Temperature (°C)
Time (min)
180
160
140
120
100
80
60
40
0
2
4
6
8
10

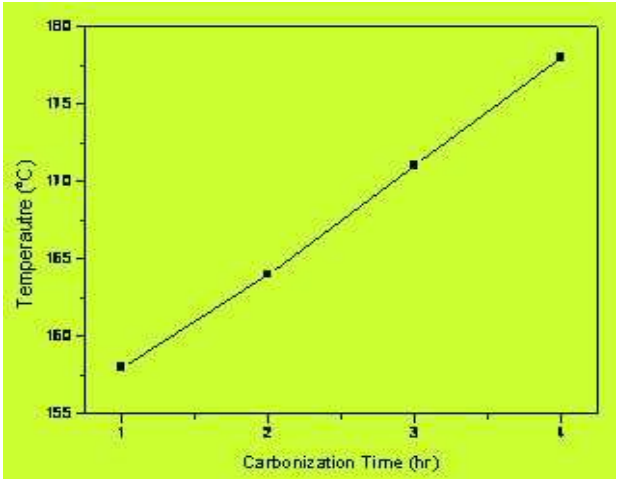
도면3b


Temperature (°C)
Carbonization Temperature (°C)
160
140
120
100
80
60
40
20
700
750
800
850
900
950
1000

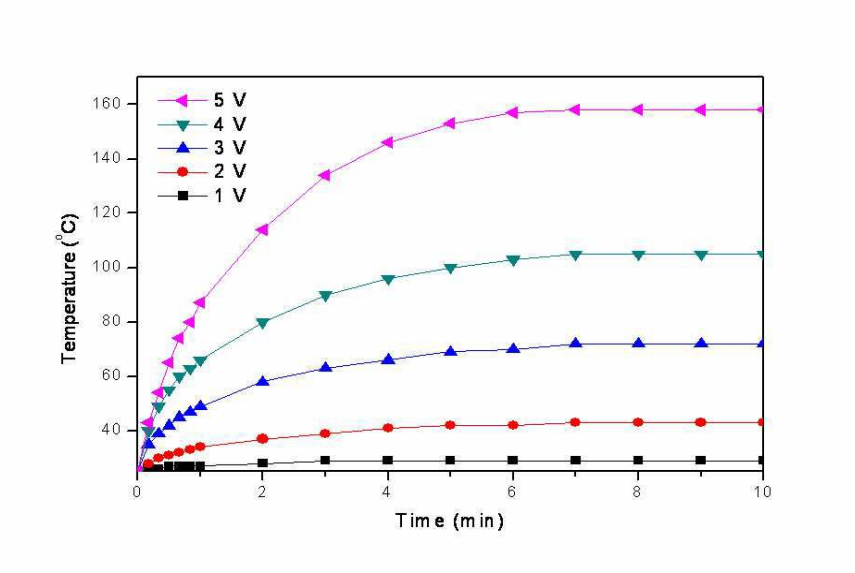
도면4a


4 h
3 h
2 h
1 h
Temperature (°C)
Time (min)
200
180
160
140
120
100
80
60
40
0
2
4
6
8
10

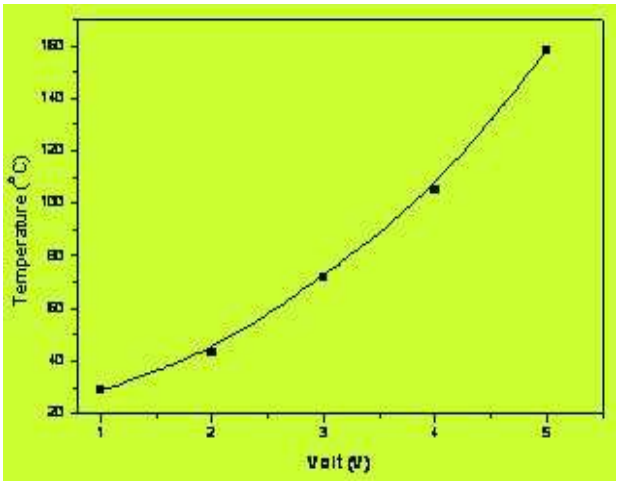
도면4b


Temperautre (°C)
Carbonization Time (hr)
180
175
170
165
160
155
1
2
3
4

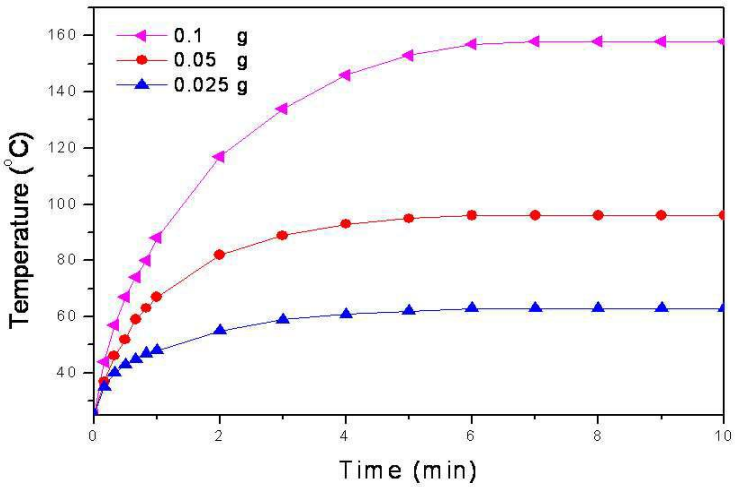
도면5a


5 V
4 V
3 V
2 V
1 V
Temperature (°C)
Time (min)
160
140
120
100
80
60
40
0
2
4
6
8
10

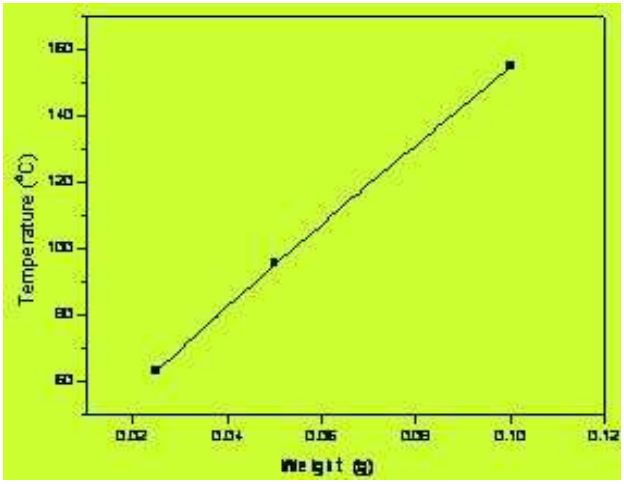
도면5b


Temperature (°C)
Volt (V)
1
2
3
4
5

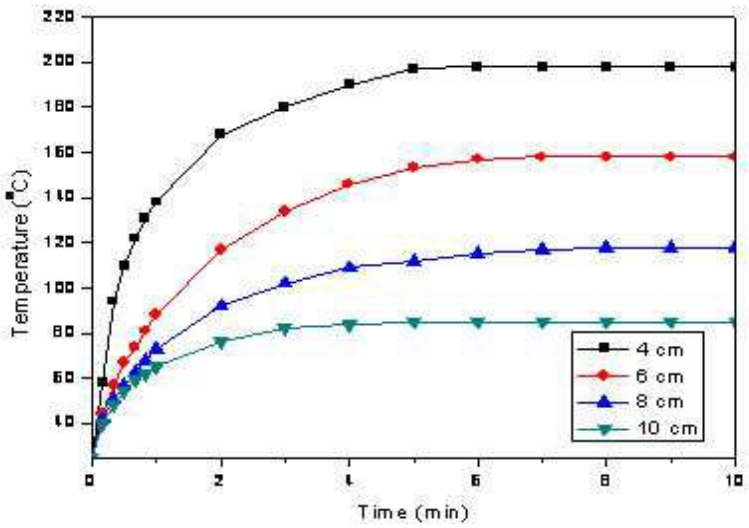
도면6a


0.1 g
0.05 g
0.025 g
Temperature (°C)
Time (min)
160
140
120
100
80
60
40
0
2
4
6
8
10

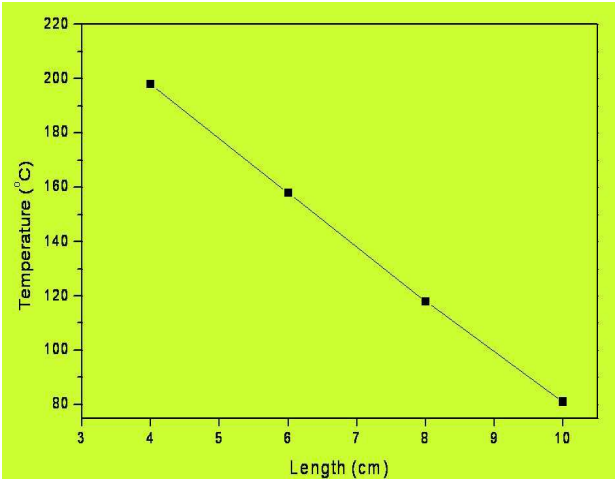
도면6b


Temperature (°C)
160
140
120
100
80
60
0.02
0.04
0.06
0.08
0.10
0.12

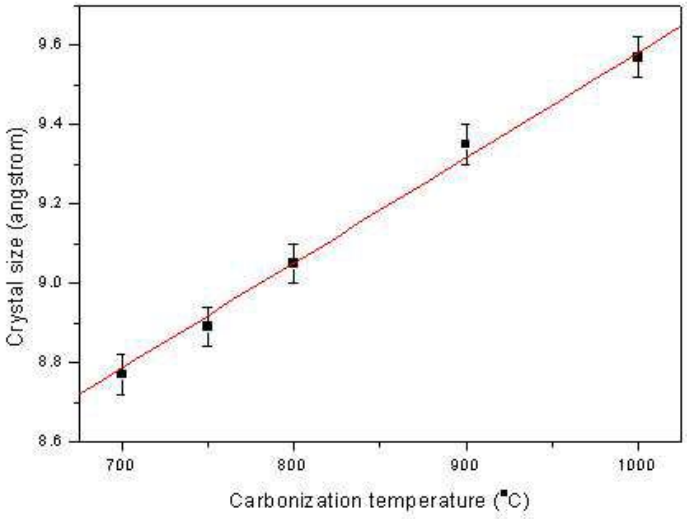
도면7a


Temperature (°C)
Time (min)
4 cm
6 cm
8 cm
10 cm

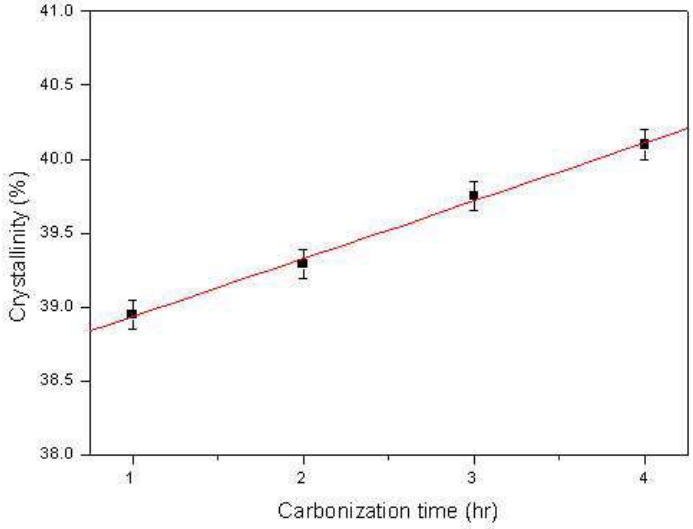
도면7b


Temperature (°C)
Length (cm)

도면8


Crystal size (angstrom)
9.6
9.4
9.2
9.0
8.8
8.6
700
800
900
1000
Carbonization temperature (°C)

도면9


Crystallinity (%)
41.0
40.5
40.0
39.5
39.0
38.5
38.0
1
2
3
4
Carbonization time (hr)