



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년12월18일
(11) 등록번호 10-1342938
(24) 등록일자 2013년12월12일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D01F 9/12 (2006.01) D06M 11/73 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2012-0081910
(22) 출원일자 2012년07월26일
심사청구일자 2012년07월26일
(56) 선행기술조사문헌
KR100311692 B1
KR100715553 B1
JP09324326 A
JP06057539 A

(73) 특허권자
인하대학교 산학협력단
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
박수진
대전광역시 유성구 도룡동 로텐하우스 102-301
허건영
경기도 구리시 인창동 309-10 등지타운 A동 302호
(74) 대리인
이은철

전체 청구항 수 : 총 6 항

심사관 : 최봉돈

(54) 발명의 명칭 피치로 코팅된 광물질 섬유를 포함하는 전도성 탄소섬유 및 그 제조방법

(57) 요약

본 발명은 피치로 코팅된 광물질 섬유를 포함하는 전도성 탄소섬유 및 그 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 열적, 전기적 특성이 우수한 피치를 코팅물질로 이용하여 광물질 섬유에 코팅하고 탄화함으로써 전도성을 부여한 새로운 탄소섬유에 관한 것이다.

상기와 같은 본 발명에 따르면, 열적, 전기적 특성과 경제성이 향상된 전도성 탄소섬유를 제공함으로써 전도성을 필요로 하는 다양한 산업 분야에서 경제성 면에서 고가인 단점으로 인하여 그 상업적 적용 범위를 제한받는 탄소섬유를 대체하여 널리 유용하게 사용될 수 있는 유용한 효과를 기대할 수 있다.

특허청구의 범위

청구항 1

삭제

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

- (1) 방향족 탄화수소를 용매로 이용하여 피치를 용해시켜 피치코팅액을 제조하는 단계;
- (2) 상기 (1)단계에 의해 제조된 피치코팅액에 광물질 섬유를 통과시켜 피치코팅액을 광물질 섬유 표면에 코팅하는 단계;
- (3) 상기 (2)단계에 의해 피치코팅액으로 코팅된 광물질 섬유를 70 내지 120℃에서 열처리하는 단계; 및
- (4) 상기 (3)단계에 의해 열처리된 피치코팅액으로 코팅된 광물질 섬유를 800 내지 3,000℃에서 탄화하여 전도성 탄화섬유를 제조하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 전도성 탄소섬유 제조방법.

청구항 6

제 5항에 있어서,

상기 (1)단계에서 피치는 C/H 몰비가 0.8 내지 3.0인 것을 특징으로 하는 전도성 탄소섬유 제조방법.

청구항 7

제 5항에 있어서,

상기 (1)단계에서 피치코팅액은 방향족 탄화수소 용매 100중량부에 대하여 피치 3 내지 100중량부를 용해시킨 것을 특징으로 하는 전도성 탄소섬유 제조방법.

청구항 8

제 5항에 있어서,

상기 (1)단계에서 전도성 카본블랙, 탄소나노튜브 및 그래핀을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나 이상의 전도성 탄소미립자를 더 첨가하는 것을 특징으로 하는 전도성 탄소섬유 제조방법.

청구항 9

제 5항에 있어서,

상기 (2)단계에서 광물질 섬유는 800 내지 3,000℃의 내열성을 가지는 유리 섬유, 바잘트 섬유, 현무암 섬유, 세라믹 섬유, 이들의 직물 및 이들의 부직포를 포함하는 군에서 선택되는 것을 특징으로 하는 전도성 탄소섬유

제조방법.

청구항 10

제 5항에 있어서,

상기 (2)단계에서 피치코팅액을 광물질 섬유 표면에 5 내지 100 μ m의 두께로 코팅하는 것을 특징으로 하는 전도성 탄소섬유 제조방법.

명세서

기술 분야

[0001] 본 발명은 피치로 코팅된 광물질 섬유를 포함하는 전도성 탄소섬유 및 그 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 열적, 전기적 특성이 우수한 피치를 절연성 광물질 섬유에 코팅하고 탄화함으로써 광물질 섬유에 전도성을 부여하여 기존 고가의 탄소섬유를 대체할 수 있는 경제성이 향상된 새로운 소재를 제공하기 위한 것으로 C/H 물비가 0.8 내지 3.0인 것을 특징으로 하는 피치로 코팅된 광물질 섬유를 포함하는 전도성 탄소섬유와 그 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 탄소 성분을 90%이상 함유하고 있는 탄소섬유를 산업적으로 생산하게 된 것은 1959년 이후로 그 역사는 짧은 편이다. 탄소섬유는 유기섬유를 비활성 기체 속에서 가열 및 탄화하여 만들어지는 신소재 섬유로써, 금속보다 가벼우면서 금속에 비해 강도와 탄성이 뛰어나고 내열성, 전도성 또한 좋으며 부식될 우려가 없는 여러 가지 장점을 가지고 있다. 이러한 장점으로 탄소섬유는 낚시대, 골프채, 테니스 라켓, 항공기, 풍력발전기기, 자동차 부품, 토목건축용 자재 등으로 널리 사용되고 있으며, 각종 탄소섬유 강화 복합재료로 그 응용이 폭넓게 전개되고 있기 때문에 전 산업분야에서 탄소섬유의 시장 규모는 해마다 증가할 것으로 보이고 있는 추세이다.

[0003] 그러나 탄소섬유는 경제성 면에서 고가인 단점으로 인하여 그 상업적 적용 범위를 제한받고 있으며, 현재 이러한 단점을 보완하여 대체할만한 소재가 없는 실정이다. 또한 종래 유리 섬유와 같은 광물질 섬유는 일반적으로 대량생산 및 상업적 적용이 우수하고 가격 경제성이 좋아 각 산업분야에서 널리 다양하게 이용되어 왔지만, 이러한 광물질 섬유들은 전기전도성이 없어서 전기전도성을 필요로 하는 산업분야에는 적용하기 어려운 문제점이 있었다.

[0004] 대한민국 등록특허 제10-0715553호(전도성 유리 섬유 및 이를 제조하는 방법)에는 유리 섬유에 전도성을 부여하는 방법으로 전도성 고분자를 유효성분으로 하는 전도층을 형성하여 유리 섬유를 사이징하는 방법이 제시되어 있으나, 고온 조건에서 섬유와 사이징 재료 사이의 계면 결합력이 저하되어 탄소섬유에 비해 성능이 현저하게 부족한 단점을 가지고 있다. 또한 대한민국 등록특허 제10-1038054호(금속 코팅 무기질 섬유 및 그 제조장치)에는 비전도성인 무기질 섬유를 금속으로 코팅하여 전기전도성을 부여하고 있으나, 이는 전기전도성의 향상을 가져오는 반면 코팅하는 금속이 제조비용의 증가를 가져와 경제성을 떨어뜨리고 밀도가 증가하는 단점을 가지고 있다.

[0005] 이처럼 광물질 섬유에 전도성을 부여하는 기존의 기술들은 그 성능과 경제성 면에서 많은 문제점들을 가지고 있으며, 고가의 탄소섬유를 대체할만한 대체가능섬유가 없는 과거로부터 요청되어 온 기술적 과제를 해결하기 위하여 탄소섬유의 열적, 전기적 특성을 지니면서 가격 경쟁력이 우수한 새로운 섬유소재의 개발을 필요로 한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위하여 안출된 것으로, 광물질 섬유에 효율적으로 전도성을 부여하고 탄소섬유화하기 위하여 열적, 전기적 특성이 우수한 피치를 이용하여 피치로 코팅된 광물질 섬유를 포함하는 전도성 탄소섬유 및 그 제조방법을 제공함으로써 고가의 탄소섬유를 대체할 수 있는 열적, 전기적 특성과 경제성이 우수한 새로운 섬유소재를 제공하여 상업적 적용 범위를 제한받지 않고 다양한 산업 분야에서 널리 이용될

수 있도록 하기 위하여 본 발명을 완성하였다.

과제의 해결 수단

- [0007] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 피치로 코팅된 광물질 섬유를 포함하는 것을 특징으로 하는 전도성 탄소섬유를 제공한다.
- [0008] 상기 피치는 C/H 몰비가 0.8 내지 3.0인 것을 특징으로 하며, 상기 광물질 섬유는 800 내지 3,000℃의 내열성을 가지는 유리 섬유, 바잘트 섬유, 현무암 섬유, 세라믹 섬유, 이들의 직물 및 이들의 부직포를 포함하는 군에서 선택되는 것을 특징으로 한다.
- [0009] 상기 전도성 탄소섬유는 전도성 카본블랙, 탄소나노튜브 및 그래핀을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나 이상의 전도성 탄소미립자를 더 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0010] 또한, 본 발명은 (1) 방향족 탄화수소를 용매로 이용하여 피치를 용해시켜 피치코팅액을 제조하는 단계; (2) 상기 (1)단계에 의해 제조된 피치코팅액에 광물질 섬유를 통과시켜 피치코팅액을 광물질 섬유 표면에 코팅하는 단계; (3) 상기 (2)단계에 의해 피치코팅액으로 코팅된 광물질 섬유를 70 내지 120℃에서 열처리하는 단계; 및 (4) 상기 (3)단계에 의해 열처리된 피치코팅액으로 코팅된 광물질 섬유를 800 내지 3,000℃에서 탄화하여 전도성 탄화섬유를 제조하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 전도성 탄소섬유 제조방법을 제공한다.
- [0011] 상기 (1)단계에서 피치는 C/H 몰비가 0.8 내지 3.0인 것을 특징으로 하며, 피치코팅액은 방향족 탄화수소 용매 100중량부에 대하여 피치 3 내지 100중량부를 용해시킨 것을 특징으로 한다.
- [0012] 상기 (1)단계에서 전도성 카본블랙, 탄소나노튜브 및 그래핀을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나 이상의 전도성 탄소미립자를 더 첨가하는 것을 특징으로 한다.
- [0013] 상기 (2)단계에서 광물질 섬유는 800 내지 3,000℃의 내열성을 가지는 유리 섬유, 바잘트 섬유, 현무암 섬유, 세라믹 섬유, 이들의 직물 및 이들의 부직포를 포함하는 군에서 선택되는 것을 특징으로 한다.
- [0014] 상기 (2)단계에서 피치코팅액을 광물질 섬유 표면에 5 내지 100 μ m의 두께로 코팅하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

- [0015] 상기와 같은 본 발명에 따른 피치 코팅된 탄화 광물질 섬유를 포함하는 전도성 탄소섬유는 열적, 전기적 특성이 우수할 뿐만 아니라 가격 경쟁력 또한 우수해 전극재 등의 응용 분야를 포함한 전도성을 필요로 하는 다양한 산업 분야에서 널리 이용될 수 있는 유용한 효과가 있다. 또한 본 발명은 경제성 면에서 고가인 단점으로 인해 그 상업적 적용 범위를 제한받는 탄소섬유를 대체할 수 있는 새로운 소재를 제공해 준다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0016] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.
- [0017] 본 발명은 피치로 코팅된 광물질 섬유를 포함하는 것을 특징으로 하는 전도성 탄소섬유를 제공한다.
- [0018] 이때, 피치는 C/H 몰비가 0.8 내지 3.0, 바람직하게는 1.3 내지 2.5인 것을 탄소 코팅재로 이용하는 것이 최적의 효과를 나타내며, 피치의 전구체(precursor)로 석유계, 석탄계, 메조페이스 피치 또는 이들의 혼합물을 사용할 수 있으며 이에 한정하는 것은 아니다. 피치의 C/H 몰비는 탄화하는 과정에서 피치 탄소구조를 결정할 수 있는 매우 중요한 인자 중의 하나으로써, 피치의 C/H 몰비에 따라 탄화과정 후의 최종 탄소물질의 결정구조가 달라져 그로 인하여 전기적 특성과 같은 물성이 영향을 받게 된다. 따라서 본 발명은 광물질 섬유에 효과적으로 전도성을 부여하기 위하여 최적의 효과를 나타낼 수 있는 피치의 C/H 몰비를 제공하며, 이러한 피치가 코팅된 탄화 광물질 섬유를 이용한 전도성 탄소섬유는 열적, 전기적 특성은 물론 가격 경쟁력 또한 향상되는 유용한 효과를 기대할 수 있다.
- [0019] 이때, 광물질 섬유는 800 내지 3,000℃의 내열성을 가지는 유리 섬유, 바잘트 섬유, 현무암 섬유, 세라믹 섬유, 이들의 직물 및 이들의 부직포를 포함하는 군에서 선택될 수 있으며, 피치가 코팅될 수 있는 섬유의 종류는 특별히 한정되지 않으며 광물질 섬유를 포함한 절연성 섬유를 이용하여 전도성이 부여된 탄화섬유를 제조할 수 있다. 최종적으로 피치가 코팅된 탄화 광물질 섬유의 전도성과 같은 특성에 영향을 미치는 탄화온도는 코팅되는 절연성 광물질 섬유의 종류에 따라 달라지며, 800℃이하에서 탄화하는 경우에는 충분한 전도성을 획득하기 어렵기 때문에 800 내지 3,000℃의 내열성을 가져야 탄화하는 과정에서 광물질 섬유가 손상되지 않고 충분한 전도성

을 획득할 수 있다.

- [0020] 이때, 전도성을 증진시키기 위하여 전도성 카본블랙, 탄소나노튜브 및 그래핀을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나 이상의 전도성 탄소미립자를 탄소 충전제(filler)로 포함할 수 있으며, 필요에 따라 분산제, 소포제 등의 첨가제를 더 포함할 수도 있다.
- [0021] 또한, 본 발명은 (1) 방향족 탄화수소를 용매로 이용하여 피치를 용해시켜 피치코팅액을 제조하는 단계; (2) 상기 (1)단계에 의해 제조된 피치코팅액에 광물질 섬유를 통과시켜 피치코팅액을 광물질 섬유 표면에 코팅하는 단계; (3) 상기 (2)단계에 의해 피치코팅액으로 코팅된 광물질 섬유를 70 내지 120℃에서 열처리하는 단계; 및 (4) 상기 (3)단계에 의해 열처리된 피치코팅액으로 코팅된 광물질 섬유를 800 내지 3,000℃에서 탄화하여 전도성 탄화섬유를 제조하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 전도성 탄소섬유 제조방법을 제공한다.
- [0022] 이때, 상기 (1)단계에서 피치는 C/H 몰비가 0.8 내지 3.0, 바람직하게는 1.3 내지 2.5인 것을 탄소 코팅재로 이용하는 것이 최적의 효과를 나타내며, 피치의 전구체(precursor)로 석유계, 석탄계, 메조페이스 피치 또는 이들의 혼합물을 사용할 수 있으며 이에 한정하는 것은 아니다.
- [0023] 이때, 상기 (1)단계에서 피치코팅액은 방향족 탄화수소 용매 100중량부에 대하여 피치 3 내지 100중량부, 바람직하게는 3 내지 50중량부, 더욱 바람직하게는 5 내지 25중량부를 용해시키는 것이 최적의 효과를 나타낸다. 피치의 양이 100중량부를 초과하는 경우에는 탄화 후에 강도 등 물성의 저하를 보일 수 있으며, 3중량부 미만인 경우에는 전도성의 향상이 기대치에 미치지 못하는 문제점이 있기 때문이다. 또한, 피치코팅액 제조시 사용 가능한 방향족 탄화수소는 벤젠, 톨루엔, 크실렌, 피콜린 및 퀴놀린을 포함하는 군에서 선택되는 단독 혹은 이들의 공용매가 있으며, 특별히 이에 한정하는 것은 아니다.
- [0024] 이때, 상기 (1)단계에서 전도성을 증진시키기 위하여 전도성 카본블랙, 탄소나노튜브 및 그래핀을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나 이상의 전도성 탄소미립자를 탄소 충전제(filler)로 첨가할 수 있으며, 필요에 따라 분산제, 소포제 등의 첨가제를 더 첨가할 수도 있다.
- [0025] 이때, 상기 (2)단계에서 광물질 섬유는 800 내지 3,000℃의 내열성을 가지는 유리 섬유, 바잘트 섬유, 현무암 섬유, 세라믹 섬유, 이들의 직물 및 이들의 부직포를 포함하는 군에서 선택될 수 있으며, 피치가 코팅될 수 있는 섬유의 종류는 특별히 한정되지 않으며 광물질 섬유를 포함한 절연성 섬유를 이용하여 전도성이 부여된 탄화섬유를 제조할 수 있다.
- [0026] 이때, 상기 (2)단계에서 피치코팅액을 광물질 섬유 표면에 5 내지 100 μ m의 두께로 코팅하는 것을 바람직하다. 코팅 두께가 5 μ m미만일 경우 충분한 전도성을 나타내기 어려움이 있고, 코팅 두께가 100 μ m를 초과하는 경우 코팅물질이 외부 충격에 의해 쉽게 부서져 전도성의 저하를 야기할 수 있기 때문이다. 또한 경제적인 측면에서도 적은 양으로 최적의 성능을 발휘할 수 있는 5 내지 100 μ m의 코팅 두께가 바람직하다.
- [0027] 이때, 상기 (3)단계 열처리 과정에서 온도가 너무 낮으면 제조 시간이 길어지고 반대로 온도가 너무 높으면 용매의 급격한 휘발로 코팅 표면이 매끄럽지 않을 수 있기 때문에 70 내지 120℃에서 열처리하는 것이 바람직하며, 상기 (4)단계 탄화 과정에서 탄화 온도가 너무 낮으면 전도성 획득에 어려움이 있기 때문에 800 내지 3,000℃에서 탄화하는 것이 바람직하다.
- [0028] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 예시하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되는 것으로 해석되지 않는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 자명할 것이다.
- [0029] **실시예 1.**
- [0030] 피치로 코팅된 광물질 섬유를 이용하여 전도성 탄소섬유를 제조하기 위하여 전구체(precursor)로 납사분해공정 잔사유를 바탕으로 제조된 C/H 몰비가 1.3인 피치를 사용하였다. 이 피치 5중량%를 용매인 퀴놀린 95중량%에 용해시킨 다음 5 μ m로 필터링하여 피치코팅액을 제조하였다. 이렇게 제조된 피치코팅액을 침지탱크에 저장하고 유리 섬유를 침지탱크에 통과시켜 피치코팅액을 유리 섬유 표면에 100 μ m의 두께로 코팅한 다음, 롤러에 의해 가열기로 이송시켜서 80 내지 100℃에서 열처리하고 전도성을 부여하기 위하여 800℃에서 15분간 탄화하여 최종적으로 피치가 코팅된 전도성 탄소섬유를 제조하였다.
- [0031] **실시예 2.**
- [0032] 상기 실시예 1의 방법 중 피치코팅액 제조시 피치의 농도 조건을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 전도

성 탄소섬유를 제조하였다. 이때 피치 10중량%를 용매인 퀴놀린 90중량%에 용해시켰다.

실시예 3.

상기 실시예 1의 방법 중 탄화 조건을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 전도성 탄소섬유를 제조하였다. 이때 탄화 조건은 1,000℃에서 15분간 처리하였다.

실시예 4.

상기 실시예 2의 방법 중 탄화 조건을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 전도성 탄소섬유를 제조하였다. 이때 탄화 조건은 1,000℃에서 15분간 처리하였다.

실시예 5.

상기 실시예 1의 방법 중 전구체로 콜타르 피치를 이용하는 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 전도성 탄소섬유를 제조하였다.

실시예 6.

상기 실시예 2의 방법 중 전구체로 콜타르 피치를 이용하는 것을 제외하고는, 실시예 2와 동일한 방법으로 전도성 탄소섬유를 제조하였다.

실시예 7.

상기 실시예 3의 방법 중 전구체로 콜타르 피치를 이용하는 것을 제외하고는, 실시예 3과 동일한 방법으로 전도성 탄소섬유를 제조하였다.

실시예 8.

상기 실시예 4의 방법 중 전구체로 콜타르 피치를 이용하는 것을 제외하고는, 실시예 4와 동일한 방법으로 전도성 탄소섬유를 제조하였다.

비교예 1.

실시예에 사용되는 유리섬유.

실험예 1.

전기전도도의 측정은 Multi-resistivity tester(Fluke Corporation, FLUKE-289)를 사용하여 저항 값을 측정한 후 섬유의 체적을 사용하여 단위 길이당 저항 값을 계산하여 사용하였다. 하기 [표1]은 상기 실시예 1 내지 실시예 8에 의해 제조된 전도성 탄소섬유의 실험결과를 나타낸 값이다.

【표 1】

특성	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5
체적 저항률 ($\Omega \cdot \text{cm}$)	0.09	0.08	0.08	0.07	0.11

특성	실시예 6	실시예 7	실시예 8	비교예 1
체적 저항률 ($\Omega \cdot \text{cm}$)	0.09	0.10	0.10	측정불가

이상, 본 발명내용의 특정한 부분을 상세히 기술하였는바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서, 이러한 구체적인 기술은 단지 바람직한 실시태양일 뿐이며, 이에 의해 본 발명의 범위가 제한되는 것이 아닌 점은 명백할 것이다. 따라서 본 발명의 실질적인 범위는 첨부된 청구항들과 그것들의 등가물에 의해 정의된다고 할 것이다.