(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0137793
(43) 공개일자 2023년10월05일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D01F 9/133 (2006.01) *C01B 32/16* (2017.01)
D01D 10/02 (2006.01) *D01D 5/06* (2006.01)
(52) CPC특허분류
D01F 9/133 (2013.01)
C01B 32/16 (2017.08)
(21) 출원번호 10-2022-0086955
(22) 출원일자 2022년07월14일
심사청구일자 2022년07월14일
(30) 우선권주장
1020220035443 2022년03월22일 대한민국(KR)

(71) 출원인
한국재료연구원
경상남도 창원시 성산구 창원대로 797 (상남동)
(72) 발명자
정연수
경상남도 창원시 마산회원구 삼호로 80 (양덕동, 메트로시티2단지)
김태훈
경상남도 창원시 성산구 가음정로 59 (가음동, 창원센텀푸르지오)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
한상수

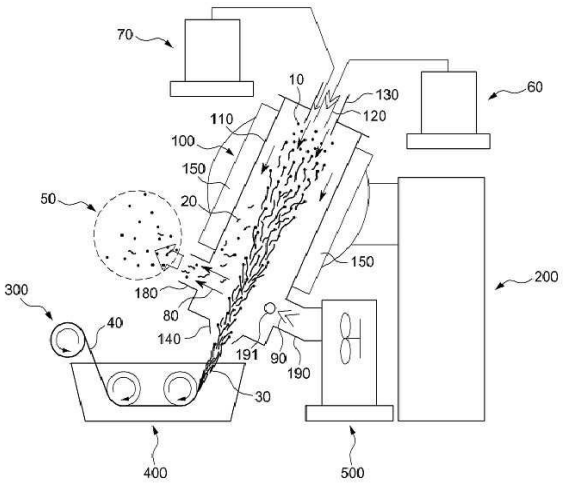
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 **나노 탄소 섬유 제조 장치 및 제조 방법**

(57) 요 약

본 발명의 일 실시예는 나노 탄소 섬유의 제조 시 반응챔버의 수직 기울기를 조절하여 크기가 작은 나노 탄소, 원료나 촉매 등의 연소 산물 또는 반응 산물 등의 불순물을 제거하여 고순도의 나노 탄소 섬유를 제조할 수 있도록 하는 나노 탄소 섬유 제조 장치 및 나노 탄소 섬유 제조 방법을 제공한다.

대 표 도 - 도1



1

(52) CPC특허분류
D01D 10/02 (2013.01)
D01D 5/06 (2013.01)
D10B 2101/122 (2013.01)
D10B 2401/062 (2013.01)
D10B 2401/063 (2013.01)
(72) 발명자
이균배
경상남도 창원시 성산구 원이대로878번길 9 창원가음한화꿈에그린

이상복
경상남도 창원시 성산구 원이대로 495, 트리비앙아파트 217동 402호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711159978
과제번호	PNK8070
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국재료연구원
연구사업명	한국재료연구원연구운영비지원(주요사업비)
연구과제명	(직물형 에너지 소재) 에너지 생산 및 저장소재 융합 특성재단형 직물소재 기술 개발(5/5)
기 여 율	1/1
과제수행기관명	한국재료연구원
연구기간	2022.01.01 ~ 2022.12.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

탄소를 포함하는 원료와 캐리어가스를 반응챔버 내부로 공급받아 가열하여 나노 탄소 집합체를 생성하는 반응챔버부;

상기 반응챔버부의 수직 방향의 기울기를 가변시키도록 상기 반응챔버부를 회전 가능하게 지지하는 반응챔버 회전부; 및

상기 반응챔버부에서 생성되어 배출되는 상기 나노 탄소 집합체를 나노 탄소 섬유로 권취하는 권취부;를 포함하여 구성되는 것을 특징으로 하는 나노 탄소 섬유 제조 장치.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 반응챔버부는,

생성된 불순물을 외부로 배출하는 불순물 배출구를 더 포함하여 구성되는 것을 특징으로 하는 나노 탄소 섬유 제조 장치.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 반응챔버부는,

상기 반응챔버의 내부를 가열시키기 위한 히터부를 더 포함하여 구성되는 것을 특징으로 하는 나노 탄소 섬유 제조 장치.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 불순물 배출 효과 향상을 위해 블로워 가스가 주입되도록 상기 반응챔버에 형성되는 블로워가스 주입구; 및

상기 블로워가스 주입구를 통해 블로워가스를 상기 반응챔버의 내부로 공급하는 블로워부;를 더 포함하여 구성되는 것을 특징으로 하는 나노 탄소 섬유 제조 장치.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 반응챔버부는,

상기 블로워가스 주입구 내측에서 공급되는 블로워가스의 압력을 검출하는 압력센서부를 더 포함하여 구성되는 것을 특징으로 하는 나노 탄소 섬유 제조 장치.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 원료는,

나노 탄소 섬유 제조를 위한 탄소화합물 또는 탄소화합물과 탄소나노튜브 생성을 위한 촉매 혼합물 중 어느 하나인 것을 특징으로 하는 나노 탄소 섬유 제조 장치.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 나노 탄소 섬유는,

나노 탄소 집합체, 나노 탄소 섬유 사, 나노 탄소 얀(yarn), 탄소나노튜브 사, 탄소나노튜브 얀, 나노 탄소 및 탄소나노튜브 복합사 또는 나노 탄소 및 탄소나노튜브 복합 얀 중 적어도 하나 이상인 것을 특징으로 하는 나노 탄소 섬유 제조 장치.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 반응챔버부에서 배출되는 나노 탄소 집합체를 용매에 침지시키는 것에 의해 수축시켜 고밀도의 나노 탄소 섬유를 형성하는 수축부;를 더 포함하여 구성되는 것을 특징으로 하는 나노 탄소 섬유 제조 장치.

청구항 9

원료주입구와 캐리어가스 주입구와 불순물 배출구와 나노 탄소 집합체 배출구를 구비하여 회전가능하게 지지되는 반응챔버 및 히터부를 구비한 반응챔버부, 반응챔버 회전부 및 권취부를 포함하는 나노 탄소 섬유 제조 장치에 의한 나노 탄소 섬유 제조 방법에 있어서,,

상기 반응챔버 회전부를 구동시켜 상기 반응챔버의 수직 기울기를 가변시키는 반응챔버 기울기 가변 단계;

상기 원료주입구와 캐리어가스 주입구를 통해 원료와 캐리어가스를 상기 반응챔버 내부로 공급하는 원료공급단계;

상기 히터부로 상기 반응챔버를 가열하여 상기 원료를 반응시켜 나노 탄소 집합체를 생성하는 나노 탄소 집합체 생성 단계;

상기 나노 탄소 집합체 생성 단계의 수행 중 발생된 불순물을 배출하는 불순물 배출단계; 및

상기 권취부가 상기 나노 탄소 집합체를 나노 탄소 섬유로 권취하여 수득하는 나노 탄소 섬유 수득 단계;를 포함하여 구성되는 것을 특징으로 하는 나노 탄소 섬유 제조 방법.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 나노 탄소 섬유 수득 단계 이전에 상기 나노 탄소 집합체를 용매에 침지시켜 수축시키는 것에 의해 고밀도 나노 탄소 섬유를 생성하는 나노 탄소 섬유 고밀도화 단계;를 더 포함하여 구성되는 것을 특징으로 하는 나노 탄소 섬유 제조 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 나노 탄소 섬유에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는, 고순도를 가지는 나노 탄소 섬유를 제조할 수 있도록 하는 나노 탄소 섬유 제조 장치 및 제조 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 나노 탄소 섬유는 매우 가벼우면서도 뛰어난 기계적 열적 특성을 갖고 있어 초경량 자전거, 골프클럽 등 스포츠 용품부터 자동차, 항공우주, 원자력, 수소저장매체, 촉매담지체, 전자파 차폐체, 정전기 방지용 전도성 코팅체 등 다양한 첨단 기술 분야에 활용되고 있다.

[0003] 상기 나노 탄소 섬유를 제조하는 방법으로는 습식방법인 응고방사법(coaulation spinning) 및 액정방사법, 건식방법인 브러쉬 방사법(Brush spinning)및 직접방사법(direct spinning) 등이 있다.

[0004] 이중 직접방사법은 선행문헌인 대한민국 공개특허 10-2014-0147004호에 개시된 바와 같이, 나노 탄소 제조 장치 중 수직으로 세워진 고온의 가열로 상단 주입구에 탄소를 포함하는 액체 또는 기체 상의 원료와 촉매를 캐리어 가스와 함께 가열로 내로 공급한 후 가열하여 탄화, 흑연화 등을 통해 나노 탄소 섬유를 제조한다.

[0005] 상술한 직접방사법이 적용된 종래기술의 나노 탄소 섬유 제조 장치는 가열로 내에서 생성된 크기가 작은 나노 탄소, 원료나 촉매 등의 연소 산물 또는 반응 산물, 미반응 원료 등의 불순물이 제거되지 않고 나노 탄소 섬유에 포함되어 고순도의 나노 탄소 섬유를 제작하는 것을 어렵게 하는 문제가 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허 10-2014-0147004호(2014. 12. 29. 공개)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 따라서 상술한 종래기술의 문제점을 해결하기 위한 본 발명의 일 실시예는, 나노 탄소 섬유의 제조 시 크기가 작은 나노 탄소, 원료나 촉매 등의 연소 산물 또는 반응 산물 등의 불순물을 제거하여 고순도의 나노 탄소 섬유를 제조할 수 있도록 하는 나노 탄소 섬유 제조 장치 및 제조 방법을 제공하는 것을 해결하고자 하는 기술적 과제로 한다.

과제의 해결 수단

[0008] 상술한 본 발명의 기술적 과제를 달성하기 위한 본 발명의 일 실시예는, 탄소를 포함하는 원료와 캐리어가스를 반응챔버 내부로 공급받아 가열하여 나노 탄소 집합체를 생성하는 반응챔버부; 상기 반응챔버부의 수직 방향의 기울기를 가변시키도록 상기 반응챔버부를 회전 가능하게 지지하는 반응챔버 회전부; 및 상기 반응챔버부에서 생성되어 배출되는 상기 나노 탄소 집합체를 나노 탄소 섬유로 권취하는 권취부;를 포함하여 구성되는 것을 특징으로 하는 나노 탄소 섬유 제조 장치를 제공한다.

[0009] 상기 반응챔버부는, 생성된 불순물을 외부로 배출하는 불순물 배출구를 더 포함하여 구성될 수 있다.

[0010] 상기 반응챔버부는, 상기 반응챔버의 내부를 가열시키기 위한 히터부를 더 포함하여 구성될 수 있다.

[0011] 상기 나노 탄소 섬유 제조 장치는, 상기 불순물 배출 효과 향상을 위해 블로워 가스가 주입되도록 상기 반응챔버부에 형성되는 블로워가스 주입구; 및 상기 블로워가스 주입구를 통해 블로워가스를 상기 반응챔버의 내부로 공급하는 블로워부;를 더 포함하여 구성될 수 있다.

[0012] 상기 반응챔버부는 상기 블로워가스 주입구 내측에서 공급되는 블로워가스의 압력을 검출하는 압력센서부를 더 포함하여 구성될 수 있다.

[0013] 상기 원료는 나노 탄소 섬유 제조를 위한 탄소화합물 또는 탄소화합물과 탄소나노튜브 생성을 위한 촉매 혼합물 중 어느 하나일 수 있다.

[0014] 상기 나노 탄소 섬유는, 나노 탄소 집합체, 나노 탄소 섬유 사, 나노 탄소 얀(yarn), 탄소나노튜브 사, 탄소나노튜브 얀, 나노 탄소 및 탄소나노튜브 복합사 또는 나노 탄소 및 탄소나노튜브 복합 얀 중 적어도 하나 이상인 것을 특징으로 한다.

[0015] 상기 나노 탄소 섬유 제조 장치는, 상기 반응챔버부에서 배출되는 나노 탄소 집합체를 용매에 침지시키는 것에 의해 수축시켜 고밀도의 나노 탄소 섬유를 형성하는 수축부;를 더 포함하여 구성될 수 있다.

[0016] 상술한 본 발명의 기술적 과제를 달성하기 위한 본 발명의 다른 실시예는, 원료주입구와 캐리어가스 주입구와 불순물 배출구와 나노 탄소 집합체 배출구를 구비하여 회전가능하게 지지되는 반응챔버 및 히터부를 구비한 반응챔버부, 반응챔버 회전부 및 권취부를 포함하는 나노 탄소 섬유 제조 장치에 의한 나노 탄소 섬유 제조 방법에 있어서, 상기 반응챔버 회전부를 구동시켜 상기 반응챔버의 수직 기울기를 가변시키는 반응챔버 기울기 가변단계; 상기 원료주입구와 캐리어가스 주입구를 통해 원료와 캐리어가스를 상기 반응챔버 내부로 공급하는 원료공급단계; 상기 히터부로 상기 반응챔버를 가열하여 상기 원료를 반응시켜 나노 탄소 집합체를 생성하는 나노 탄소 집합체 생성 단계; 상기 나노 탄소 집합체 생성 단계의 수행 중 발생된 불순물을 배출하는 불순물 배출단계; 및 상기 권취부가 상기 나노 탄소 집합체를 나노 탄소 섬유로 권취하여 수득하는 나노 탄소 섬유 수득단계;를 포함하여 구성되는 것을 특징으로 하는 나노 탄소 섬유 제조 방법을 제공한다.

[0017] 상기 나노 탄소 섬유 제조 방법은, 상기 나노 탄소 섬유 수득 단계 이전에 상기 나노 탄소 집합체를 용매에 침지시켜 수축시키는 것에 의해 고밀도 나노 탄소 섬유를 생성하는 나노 탄소 섬유 고밀도화 단계;를 더 포함하여 구성될 수 있다.

발명의 효과

[0018] 상술한 구성의 본 발명의 일 실시예의 나노 탄소 섬유 제조 장치는, 반응챔버 하단의 상부에 위치하는 위치에 불순물 배출구를 형성하고, 반응챔버의 수직 방향 기울기를 조절하여, 나노 탄소 집합체 생성 후 발생된 불순물이 반응챔버 하단 내부에서 상부 측으로 부유되도록 하여 상기 불순물 배출구를 통해 용이하게 배출되도록 하여 고순도의 나노 탄소 섬유를 제조할 수 있도록 하는 효과를 제공한다.

[0019] 본 발명의 효과를 상기한 효과로 한정되는 것은 아니며, 본 발명의 상세한 별명 또는 특허청구범위에 기재된 발명의 구성으로부터 추론 가능한 모든 효과를 포함하는 것으로 이해되어야 한다.

도면의 간단한 설명

[0020] 도 1은 본 발명의 일 실시예의 나노 탄소 섬유 제조 장치의 개략도이다.

도 2는 본 발명의 다른 실시예의 나노 탄소 섬유 제조 방법의 처리과정을 나타내는 순서도이다.

도 3은 비교예 1에 의해서 제조된 나노 탄소 섬유의 TGA(열중량분석-ThermoGravimetric Analysis) 열분석 결과를 나타내는 그래프이다.

도 4는 본 발명의 실시예 1에 의해서 제조된 나노 탄소 섬유의 TGA 열분석 결과를 나타내는 그래프이다.

도 5는 본 발명의 실시예 2에 의해서 제조된 나노 탄소 섬유의 TGA 열분석 결과를 나타내는 그래프이다.

도 6은 본 발명의 실시예 3에 의해서 제조된 나노 탄소 섬유의 TGA 열분석 결과를 나타내는 그래프이다.

도 7은 비교예 1 및 실시예 1 내지 3의 비정질 탄소 함량 나타내는 그래프이다.

도 8은 비교예 1 및 실시예 1 내지 3의 저결정성 탄소 함량을 나타내는 그래프이다.

도 9는 비교예 1 및 실시예 1 내지 3의 고결정성 탄소 함량을 나타내는 그래프이다.

도 10은 비교예 1 및 실시예 1 내지 3의 촉매 함량을 나타내는 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0021] 이하에서는 첨부한 도면을 참고하여 본 발명을 설명하기로 한다. 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며, 따라서 여기에서 설명하는 실시예로 한정되는 것은 아니다. 그리고 도면에서 본 발명을 명확하게 설명하기 위해서 설명과 관계없는 부분은 생략하였으며, 명세서 전체를 통하여 유사한 부분에 대해서는 유사한 도면 부호를 붙였다.

[0022] 명세서 전체에서, 어떤 부분이 다른 부분과 "연결(접속, 접촉, 결합)"되어 있다고 할 때, 이는 "직접적으로 연결"되어 있는 경우뿐 아니라, 그 중간에 다른 부재를 사이에 두고 "간접적으로 연결"되어 있는 경우도 포함한다. 또한 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함"한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 구비할 수 있다는 것을 의미한다.

[0023] 본 명세서에서 사용한 용어는 단지 특정한 실시예를 설명하기 위해 사용된 것으로, 본 발명을 한정하려는 의도가 아니다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. 본 명세서에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.

[0024] 이하 첨부된 도면을 참고하여 본 발명의 실시예를 상세히 설명하기로 한다.

[0025] 도 1은 본 발명의 일 실시예의 나노 탄소 섬유 제조 장치(1)의 개략도이다.

[0026] 도 1과 같이, 상기 나노 탄소 섬유 제조 장치(1)는 반응챔버부(100), 반응챔버 회전부(200) 및 권취부(300)를 포함하여 구성될 수 있다.

[0027] 또한, 상기 나노 탄소 섬유 제조 장치(1)는 고밀도 나노 탄소 섬유의 형성을 위한 수축부(400)를 더 포함하여 구성될 수도 있다.

[0028] 또한, 상기 나노 탄소 섬유 제조 장치(1)는 불순물 배출 효율을 높이기 위한 블로워가스를 공급하는 블로워부

(500)를 더 포함하여 구성될 수도 있다.

[0029] 또한, 상기 나노 탄소 섬유 제조 장치(1)는 불순물 배출 효율을 높이기 위해 블로워부(500)에서 공급되는 블로워가스(90)의 유량 조절을 위한 압력센서부(191)를 더 포함하여 구성될 수 있다.

[0030] 상기 나노 탄소 섬유(40)는 나노 탄소 섬유 사, 나노 탄소 얀(yarn), 탄소나노튜브 사, 탄소나노튜브 얀, 나노 탄소 및 탄소나노튜브 복합사 또는 나노 탄소 및 탄소나노튜브 복합 얀 중 어느 하나일 수 있다.

[0031] 상기 반응챔버부(100)는 탄소를 포함하는 원료(10)와 캐리어가스(80)를 공급받아 가열하여 나노 탄소 집합체를 생성하도록 구성될 수 있다.

[0032] 상기 원료(10)는 나노 탄소 섬유 제조를 위한 탄소화합물 또는 탄소화합물과 탄소나노튜브 생성을 위한 촉매 혼합물 중 어느 하나일 수 있다.

[0033] 상기 탄소화합물은 메탄, 에틸렌, 아세틸렌, 메틸아세틸렌, 비닐아세틸렌, 에탄올, 메탄올, 프로판올, 아세톤, 자일렌, 클로로포름, 에틸아세트산, 디에틸에테르, 폴리에틸렌글리콜, 에틸포르메이트, 메시틸렌, 테트라하이드로퓨란(THF), 디메틸포름아마이드(DMF), 디클로로메탄, 헥산, 벤젠, 사염화탄소 및 펜탄으로 구성된 그룹에서 선택된 하나 이상을 포함할 수 있다. 구체적으로, 상기 액상의 탄소화합물은 에탄올, 메탄올, 프로판올, 아세톤, 자일렌, 클로로포름, 에틸아세트산, 디에틸에테르, 폴리에틸렌글리콜, 에틸포르메이트, 메시틸렌, 테트라하이드로퓨란(THF), 디메틸포름아마이드(DMF), 디클로로메탄, 헥산, 벤젠, 사염화탄소 및 펜탄으로 구성된 그룹에서 선택된 하나 이상을 포함할 수 있다. 바람직하게는 에탄올(C_2H_5OH), 자일렌(C_8H_{10}), 디에틸에테르[$(C_2H_5)_2O$], 폴리에틸렌글리콜[$-(CH_2-CH_2-O)_9$], 1-프로판올($CH_3CH_2CH_2OH$), 아세톤(CH_3OCH_3), 에틸포르메이트(CH_3CH_2COOH), 벤젠(C_6H_6), 헥산(C_6H_{14}) 및 메시틸렌[$C_6H_3(CH_3)_3$]으로 구성된 그룹에서 선택된 어느 하나 이상을 포함할 수 있다. 상기 기상 탄소화합물은 메탄, 에틸렌, 아세틸렌, 메틸아세틸렌 및 비닐아세틸렌으로 이루어진 군 중에서 선택되는 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0034] 상기 촉매는 촉매 전구체로 제공될 수 있다. 상기 촉매전구체는 페로센을 포함한 메탈로센, 철, 니켈, 코발트, 백금, 루테늄, 몰리브덴, 바나듐 및 이의 산화물로 이루어지는 그룹에서 선택되는 하나 이상을 포함할 수 있다. 상기 촉매 전구체는 나노입자 형태일 수도 있다. 바람직하게는 상기 촉매 전구체는 철, 니켈, 코발트 등이 함유된 화합물인 페로센(Ferrocene)과 같은 메탈로센 형태; 염화철($FeCl_2$) 등의 철, 코발트 및 니켈 원자 중 선택되는 1종 이상이 포함할 수 있다.

[0035] 또한, 상기 촉매는 탄소나노튜브 성장을 위한 가스를 더 포함할 수 있다. 상기 탄소나노튜브 성장을 위한 가스는 탄화수소(Hydrocarbon gas), 수소(Hydrogen gas), 질소(Nitrogen gas) 또는 아르곤(Argon gas) 등일 수 있다.

[0036] 또한, 상기 원료(10)는 촉매활성제를 더 포함할 수 있다. 상기 촉매활성제는 설퍼(S), 셀레늄(Se), 텔레늄(Te) 원소나 이를 포함하는 티오펜(thiophene, C4H4S), 이황화탄소 (Carbon disulfide, CS2) 등과 같은 화합물일 수 있다.

[0037] 상기 캐리어가스(80)는 탄소화합물 및 촉매와 혼합되어 반응챔버(110) 내부로 공급되었을 때, 나노 탄소 집합체(30)가 반응챔버(110)의 내벽에 붙지 않고 나노 탄소 집합체 배출구(140)로 용이하게 이동하도록 기능할 수 있다.

[0038] 상기 캐리어가스(80)는 아르곤(Ar) 가스와 수소(H_2) 가스를 혼합하여 사용할 수 있다. 아르곤(Ar) 가스는 불활성 가스로서, 고온의 반응챔버(110) 내부에서 탄소화합물과 반응하지 않은 채 합성된 나노 탄소 집합체(30)를 이송한다. 또한, 아르곤(Ar) 가스는 촉매의 활동에 영향을 주지 않는다. 수소(H_2) 가스는 환원 가스로서 비정질 탄소를 제거하여 고밀도의 나노 탄소 집합체(30)를 합성하는데 기여할 수 있다. 본 실시예에서 불활성 가스와 환원 가스가 아르곤(Ar) 가스 및 수소(H2) 가스로 한정되는 것은 아니며, 불활성 가스로는 질소 가스, 환원 가스로는 암모니아 등과 같은 공지의 가스로 변경될 수 있다.

[0039] 상기 반응챔버부(100)는 지면에 평행한 축을 중심으로 회전 가능하게 설치되는 반응챔버(110)와 상기 반응챔버(110)의 내부를 가열하는 히터부(150)를 포함하여 구성될 수 있다. 상기 반응챔버(110)는 원통 또는 다각형 통으로 형성될 수 있다. 상기 반응챔버(110)는 지면에 수직인 축에 대한 10 내지 50° 의 기울기를 가지도록 회전될 수 있다. 반응 챔버(110)가 불순물 배출구(180)가 10° 미만 또는 하방향으로 위치되도록 기울어지는 경우 불순물 배출 효과가 저하되거나 오히려 불순물이 증가할 수 있어 기울이는 효과가 발생하지 않는다. 또한, 반응

챔버(110)가 50° 를 초과하여 기울어지는 경우 과도한 기울임에 의해 나노 탄소 집합체(30)의 연속적인 권취가 불가능하거나 더 이상의 불순물 제거가 되지 않게 된다. 상기 반응챔버(110)는 상부에 원료주입구(120)와 캐리어가스 주입구(130)가 형성될 수 있다. 상기 원료주입구(120)는 원료 공급부(60)와 연결된다. 그리고 상기 캐리어가스 주입구(130)는 캐리어가스 공급부(70)와 연결된다.

[0040] 상기 원료주입구(120)와 캐리어가스 주입구(130)는 도 1과 같이 캐리어가스 주입구(130)의 내측에 원료주입구(120)가 위치하도록 형성될 수 있다. 또한, 원료주입구(120)와 캐리어가스 주입구(130)가 일체형의 하나의 관으로 형성될 수도 있다. 또한, 원료주입구(120)의 내부에 캐리어가스 주입구(130)가 위치되도록 형성될 수도 있다.

[0041] 상기 반응챔버(110)의 저면에는 생성된 나노 탄소 집합체(30)를 배출하는 나노 탄소 집합체 배출구(140)가 형성될 수 있다.

[0042] 상기 반응챔버(110)는 하단부에서 불순물 배출구(190)가 형성될 수 있다. 상기 불순물 배출구(190)는 상기 반응챔버(110)가 회전되어 기울어지는 경우 상부를 향하는 면 상에 형성되는 것이 바람직하나 설치 위치가 이에 한정되는 것은 아니다.

[0043] 상기 반응챔버(110)는 하단에서 상기 불순물 배출구(190)와 대향하도록 블로워가스(90)가 주입되는 블로워가스 주입구(190)가 형성될 수 있다. 상기 블로워가스 주입구(190)는 블로워부(500)와 연결된다.

[0044] 상기 반응챔버 회전부(200)는 상기 반응챔버(110)의 기울기를 조절할 수 있도록 상기 반응챔버(110)를 지면에 수평인 축을 중심으로 회전 가능하게 지지하도록 구성될 수 있다.

[0045] 상기 권취부(300)는 상기 반응챔버부(100)의 반응챔버(110)에서 생성되어 배출되는 상기 나노 탄소 집합체(30)를 나노 탄소 섬유 사, 나노 탄소 얀(yarn), 탄소나노튜브 사, 탄소나노튜브 얀, 나노 탄소 및 탄소나노튜브 복합사 또는 나노 탄소 및 탄소나노튜브 복합 얀 중 어느 하나의 나노 탄소 섬유가 되도록 권취하는 권취기로 구성될 수 있다.

[0046] 상기 수축부(400)는 용매가 담긴 용기와 나노 탄소 섬유(40)를 이송시키는 복수의 롤러를 포함하여 상기 나노 탄소 집합체 배출구(140)의 하부에 위치되도록 구성될 수 있다.

[0047] 상기 용매는 물, 아세톤(Acetone), 디메틸포름아미드(Dimethylformamide; DMF) 등일 수 있다.

[0048] 상기 복수의 롤러는 용매가 담긴 용기의 내부와 용기의 상부에서 권취부(300)와 연결되는 위치에 설치될 수 있다.

[0049] 상기 수축부(400)는 상기 나노 탄소 집합체 배출구(140)에서 배출되는 상기 나노 탄소 집합체(30)를 용매에 침지시키는 것에 의해 수축시켜 고밀도의 나노 탄소 섬유 사, 나노 탄소 얀(yarn), 탄소나노튜브 사, 탄소나노튜브 얀, 나노 탄소 및 탄소나노튜브 복합사 또는 나노 탄소 및 탄소나노튜브 복합 얀 중 어느 하나의 고밀도 나노 탄소 섬유를 형성한다.

[0050] 상기 블로워부(500)는 블로워가스 주입구(190)를 통해 블로워가스를 상기 반응챔버(110)의 내부로 공급하도록 구성될수 있다. 상기 반응챔버(110)의 내부로 공급된 블로워가스는 상기 블로워가스 주입구(190)에서 상기 불순물 배출구(180) 측으로 이동되는 유체 흐름을 형성하여 불순물(50)을 더욱 효율적으로 배출할 수 있도록 한다.

[0051] 상기 블로워가스는 상기 나노 탄소 집합체(30)에 영향을 최소화하도록 유량 및 압력이 조절되어 공급되는 것이 바람직하다.

[0052] 이를 위해, 상기 반응챔버(110)에 설치되는 상기 압력센서부(191)는 상기 블로워가스 주입구(190)를 통해 공급되는 블로워가스(90)의 압력을 검출하여 제어부(미도시) 또는 블로워가스 공급부(200)의 제어부(미도시)로 전송하도록 구성될 수 있다.

[0053] 상술한 구성의 상기 나노 탄소 섬유 제조 장치(1)는, 고순도 나노 탄소 섬유의 제조를 위해 설정된 기울기를 가지도록 반응챔버(110)를 회전시켜, 반응챔버(110)에 지면에 수직인 축에 대한 기울기를 부여한다.

[0054] 이후, 원료 공급부(60)와 캐리어가스 공급부(70)를 통해 탄소화합물과 촉매 또는 탄소나노튜브 성장을 위한 가스 중 하나 이상을 공급 받는다.

[0055] 이후, 상기 히터부(150)를 제어하여 반응챔버(110)의 내부를 가열하여 원료에 대한 전처리, 탄화 및 흑연화 등을 수행하여 나노 탄소 집합체를 생성한다.

[0056] 이때, 상기 원료에 탄소나노튜브 합성을 위한 촉매가 포함되지 않고, 상기 캐리어 가스에 상기 탄소나노튜브 성장을 위한 가스가 포함되지 않는 경우, 상기 나노 탄소 섬유 사 또는 나노 탄소 얀(yarn) 중 어느 하나의 형성을 위한 나노 탄소 집합체(30)가 생성된다. 이와 달리, 원료에 탄소나노튜브 합성을 위한 촉매가 포함되고, 상기 캐리어 가스에 상기 탄소나노튜브 성장을 위한 가스가 포함되는 경우 탄소나노튜브 사, 탄소나노튜브 얀, 나노 탄소 및 탄소나노튜브 복합사 및 나노 탄소 및 탄소나노튜브 복합 얀 중 어느 하나의 형성을 위한 나노 탄소 집합체(30)가 생성된다.

[0057] 이 과정에서, 반응하지 않은 원료, 캐리어가스, 촉매, 탄소나노튜브 성장을 위한 가스, 크기가 작아 나노 탄소 집합체와 결합하지 않고 부유하는 나노 탄소 등의 불순물(50)은 기울어진 반응챔버(110)의 내부 하단 영역에서 상부로 부유하여 불순물 배출구(180)를 통해 배출된다. 이에 의해, 나노 탄소 집합체의 순도가 높아진다.

[0058] 이때, 상기 불순물(50)의 배출 효율을 높이기 위해 상기 블로워가스 공급부(200)를 제어하여 적정한 압력을 블로워가스(90)를 블로워가스 주입구(190)를 통해 반응챔버(110) 내부의 하단 영역으로 공급할 수 있다. 그리고 반응챔버(110) 내부로 공급되는 블로워가스의 압력은 블로워가스 압력센서부(191)에 의해 검출된 블로워가스의 압력 값을 이용하여 제어부 또는 블로워가스 공급부(200)의 제어부에 의해 나노섬유 집합체(30) 형성에 영향을 미치지 않도록 제어될 수 있다.

[0059] 생성된 상기 나노 탄소 집합체(30)는 권취부(300)에서 나노 탄소 섬유(40)로 권취된다. 이때, 필요에 따라 상기 나노 탄소 집합체(30)는 권취부(300)에서 권취되기 이전에 수축부(400)를 경유하며 용매에 침지되어 수축됨으로써 고밀도 나노 탄소 섬유로 형성될 수 있다.

[0060] 도 2는 본 발명의 다른 실시예의 나노 탄소 섬유 제조 방법의 처리과정을 나타내는 순서도이다.

[0061] 도 2와 같이, 상기 나노 탄소 섬유 제조 방법은, 원료주입구(120)와 캐리어가스 주입구(130)와 불순물 배출구(180)와 나노 탄소 집합체 배출구(140)를 구비하여 회전가능하게 지지되는 반응챔버(110) 및 히터부(150)를 구비한 반응챔버부(100), 반응챔버 회전부(200) 및 권취부(300)를 포함하는 나노 탄소 섬유 제조 장치(1)에 의해 수행되는, 반응챔버 기울기 가변 단계(S10), 원료공급단계(S20), 나노 탄소 집합체 생성 단계(S30), 불순물 배출 단계(S40), 나노 탄소 섬유 고밀도화 단계(S50) 및 나노 탄소 섬유 수득 단계(S60)를 포함하여 구성될 수 있다.

[0062] 상기 반응챔버 기울기 가변 단계(S10)는 상기 반응챔버 회전부(200)를 구동시켜 상기 반응챔버(110)의 수직 기울기를 가변시키는 단계일 수 있다.

[0063] 상기 원료공급단계(S20)는 상기 원료주입구와 캐리어가스 주입구를 통해 원료와 캐리어가스를 상기 반응챔버 내부로 공급하는 단계일 수 있다.

[0064] 상기 나노 탄소 집합체 생성 단계(S30) 상기 히터부(150)로 상기 반응챔버(110)를 가열하여 상기 원료(10)를 반응시켜 나노 탄소 집합체(30)를 생성하는 단계일 수 있다.

[0065] 상기 불순물 배출단계(S40)는 상기 나노 탄소 집합체 생성 단계(S30)의 수행 중 발생된 불순물(50)을 배출하는 단계일 수 있다. 이때 배출되는 불순물(50)및 가스는 별도의 회수장치를 통해 회수되어 재사용될 수 있다.

[0066] 상기 나노 탄소 섬유 수득 단계(S60)는 상기 권취부(300)가 상기 나노 탄소 집합체(30)를 나노 탄소 섬유(40)로 권취하여 수득하는 단계일 수 있다.

[0067] 상술한 본 발명의 다른 실시예의 나노 탄소 섬유 제조 방법은, 상기 나노 탄소 집합체(30)를 수축부(400)의 용매에 침지시켜 수축시키는 것에 의해 고밀도 나노 탄소 섬유를 생성하는 나노 탄소 섬유 고밀도화 단계(S50)를 상기 나노 탄소 섬유 수득 단계(S60) 이전에 더 수행하도록 구성될 수도 있다.

[0068] <실험 예>

[0069] 하기의 비교예 1 및 실시예 1 내지 3의 조건으로 나노 탄소 섬유를 제조하여 물리적 화학적 특성을 측정하였다.

[0070] - 비교예 1

[0071] 1,200 ℃로 가열된 수직형(기울기 0º) 반응챔버(110) 상단에서 반응챔버(110) 내부로 아르곤, 수소, 메탄을 각각 45 mmol/min, 108 mmol/min, 6.6 mmol/min 의 속도로 주입하였다. 반응챔버(110) 내부에서 제조된 나노 탄소 집합체는 반응챔버(110)의 나노 탄소 집합체 배출구(140)를 통해 배출되어 하부의 수축부(400)의 물을 통과하여 섬유 형태로 만들었으며 3 m/min의 속도로 권취하여 연속되는 나노 탄소 섬유를 제조하였다.

[0072] - 실시예 1

[0073] 상기 비교예 1과 동일한 방법으로 10º 기울어진 반응챔버(110)를 사용하여 나노 탄소 섬유를 제조하였다.

[0074] - 실시예 2

[0075] 상기 비교예 1과 동일한 방법으로 20º 기울어진 반응챔버(110)를 사용하여 나노 탄소 섬유를 제조하였다.

[0076] - 실시예 3

[0077] 상기 비교예 1과 동일한 방법으로 30º 기울어진 반응챔버(110)를 사용하여 나노 탄소 섬유를 제조하였다.

[0078] 도 3은 비교예 1에 의해서 제조된 나노 탄소 섬유의 TGA(열중량분석-Thermogravimetric Analysis) 열분석 결과를 나타내는 그래프, 도 4는 본 발명의 실시예 1에 의해서 제조된 나노 탄소 섬유의 TGA 열분석 결과를 나타내는 그래프, 도 5는 본 발명의 실시예 2에 의해서 제조된 나노 탄소 섬유의 TGA 열분석 결과를 나타내는 그래프, 도 6은 본 발명의 실시예 3에 의해서 제조된 나노 탄소 섬유의 TGA 열분석 결과를 나타내는 그래프이다.

[0079] 도 3 내지 도 6과 같이, 에어 가스 분위기에서 실시예 1내지 실시예 3의 시편을 가열함에 따른 무게 변화를 측정함으로써 TGA 분석에 의한 산화/열분해 거동을 분석하였다. 이에 의해 특정 온도영역에서의 무게 변화를 바탕으로 샘플에 포함된 비정질 탄소, 저결정성 탄소, 고결정성 탄소, 촉매의 함량을 분석하였다.

[0080] 도 7은 비교예 1 및 실시예 1 내지 3의 비정질 탄소 함량 나타내는 그래프, 도 8은 비교예 1 및 실시예 1 내지 3의 저결정성 탄소 함량을 나타내는 그래프, 도 9는 비교예 1 및 실시예 1 내지 3의 고결정성 탄소 함량을 나타내는 그래프, 도 10은 비교예 1 및 실시예 1 내지 3의 촉매 함량을 나타내는 그래프이다.

[0081] 도 3 내지 도 6의 TGA 분석에 의해 도 7 내지 도 10과 같이 비교예1 및 실시예 1 내지 3의 비정질 탄소, 저결정성 탄소, 고결정성 탄소 및 촉매 각각의 함량과 비강도, 비강성 및 변형률을 분석하였다.

[0082] 표 1은 비교예 1 및 실시예 1 내지 3의 분석된 비정질 탄소, 저결정성 탄소, 고결정성 탄소 및 촉매의 함량을 나타낸다.

표 1

[0083]

	비교예 1 (0°)	실시예 1 (10°)	실시예 2 (20°)	실시예 3 (30°)
비정질 탄소 0~500 ℃	6.5	10.3	7.4	4.2
저결정성 탄소 500~600 ℃	37.0	26.6	25.0	22.1
고결정성 탄소 600~900 ℃	42.8	52.1	58.6	64.5
촉매 900 ℃ <	13.7	11.1	9.0	9.1

[0084] 도 3 내지 도 6 및 표 1과 같이, 0 ~ 500℃에서 비정질 탄소가 생성되고, 500 ~ 600℃에서 저결정성 탄소가 생성되며, 600~900℃에서 고결정성 탄소가 생성되었다.

[0085] 비정질 탄소의 경우 실시에 3에서 비교예 1 보다 적게 형성되는 것을 확인하였다. 그리고 반응챔버(110) 기울기가 클수록 더 적게 형성되는 것을 확인하였다.

[0086] 저결정성 탄소의 경우 실시예 1 내지 실시예 3 모두 비교예 1 보다 적게 형성되는 것을 확인하였다. 그리고 반응챔버(110) 기울기가 클수록 더 적게 형성되는 것을 확인하였다.

[0087] 고결정성 탄소의 경우, 실시예 1 내지 실시예 3 모두 비교예 1 보다 많이 형성되는 것을 확인하였다. 그리고 반응챔버(110) 기울기가 클수록 더 많이 형성되는 것을 확인하였다.

[0088] 반응 후의 촉매는 실시예 1 내지 실시예 3 모두 비교예 1 보다 적게 잔류하는 것을 확인하였다. 그리고 반응챔버(110) 기울기가 클수록 더 적게 잔류하는 것을 확인하였다.

[0089] 표 2는 비교예 1 및 실시예 1 내지 3의 분석된 비강도, 비강성 및 변형률을 나타낸다.

표 2

[0090]

	비교예 1 (0°)	실시예 1 (10°)	실시예 2 (20°)	실시예 3 (30°)
비강도 (GPa/(g/cm^3))	0.35±0.04	1.26±0.10	0.73±0.06	0.57±0.04
비강성 (GPa/(g/cm^3))	12.5±3.1	54.6±4.2	33.4±1.6	25.0±4.8
변형률 (%)	5.5±1.3	4.7±0.5	5.3±1.3	5.5±1.2

[0091] 비강도는 실시예 1 내지 실시예 3 모두 비교예 1 보다 큰 것을 확인하였다. 그리고 반응챔버(110)의 기울기가 작을수록 커지는 것을 확인하였다.

[0092] 비강성은 실시예 1 내지 실시예 3 모두 비교예 1 보다 큰 것을 확인하였다. 그리고 반응챔버(110)의 기울기가 작을수록 더 커지는 것을 확인하였다.

[0093] 변형률은 실시예 1 내지 실시예 3 모두 비교예 1 보다 작은 것을 확인하였다. 그리고 반응챔버(110)의 기울기가 작을수록 더 작아지는 것을 확인하였다.

[0094] 본 발명의 반응챔버(110)의 수직 기울기가 증가할수록 저결정성 탄소와 촉매의 함량이 줄어들고, 고결정성 탄소가 많이 형성되었다. 이에 따라, 실시예 1 내지 실시예 3 모두 비교예 1 보다 우수한 비강도와 비강성을 갖는 것을 확인하였다.

[0095] 또한, 강도 향상에 기여하지 않으면서 무게만 차지하는 촉매 불순물을 반응챔버(110)의 수직 기울기 증가에 따라 줄일 수 있어, 나노 탄소 섬유의 질량 감소를 통해 비강도를 향상시킬 수 있음을 확인하였다.

[0096] 단, 나노 탄소 연속섬유의 기계적 물성은 고결정성 탄소뿐만 아니라 비정질 탄소의 함량도 중요하다. 반응챔버(110)의 기울기가 10° 일 때 적절한 비정질 탄소와 고결정성 탄소가 합성되었다. 그리고 감소한 촉매 불순물의 영향으로 비강도와 비강성이 가장 우수한 것을 확인하였다.

[0097] 상기에서 설명한 본 발명의 기술적 사상은 바람직한 실시예에서 구체적으로 기술되었으나, 상기한 실시예는 그 설명을 위한 것이며 그 제한을 위한 것이 아님을 주의하여야 한다. 또한, 본 발명의 기술적 분야의 통상의 지식을 가진 자라면 본 발명의 기술적 사상의 범위 내에서 다양한 실시예가 가능함을 이해할 수 있을 것이다. 따라서 본 발명의 진정한 기술적 보호 범위는 첨부된 청구범위의 기술적 사상에 의해 정해져야 할 것이다.

부호의 설명

[0098] 1: 나노 탄소 섬유 집합체 제조 장치

10: 원료

20: 나노 탄소

30: 나노 탄소 집합체

40: 나노 탄소 섬유

50: 불순물

60: 원료 공급부

70: 캐리어가스 공급부

80: 캐리어가스

90: 블로워 가스

100: 반응챔버부

110: 반응챔버

120: 원료 주입구

130: 캐리어가스 주입구

140: 나노 탄소 집합체 배출구

150: 히터부

180: 불순물 배출구

190: 블로워가스 주입구

191: 압력센서부

130: 캐리어가스 주입구

200: 반응챔버 회전부

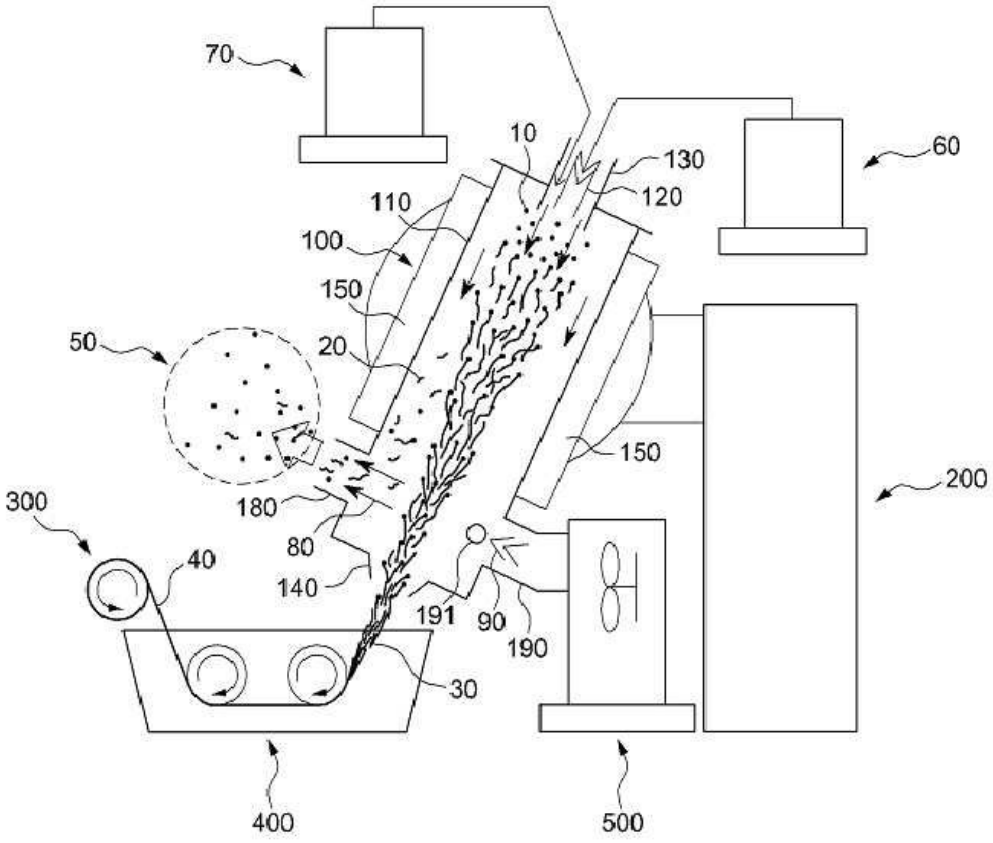
300: 권취부

400: 수축부

500: 블로워부

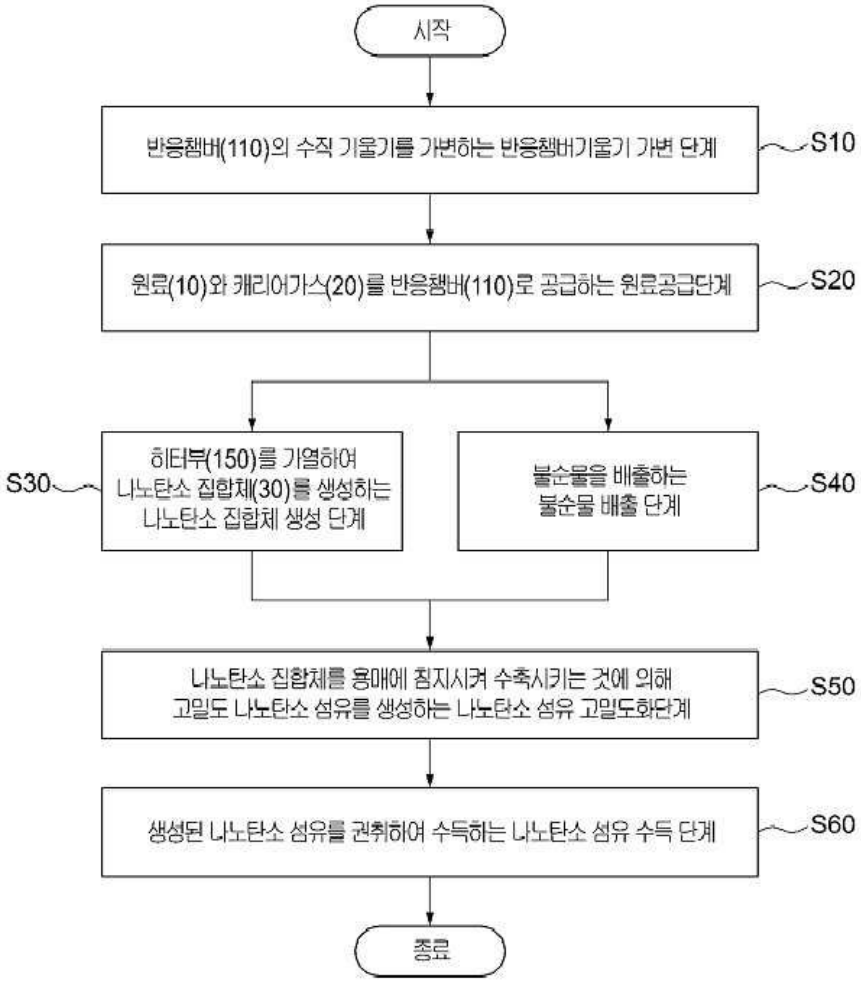
도면

도면1

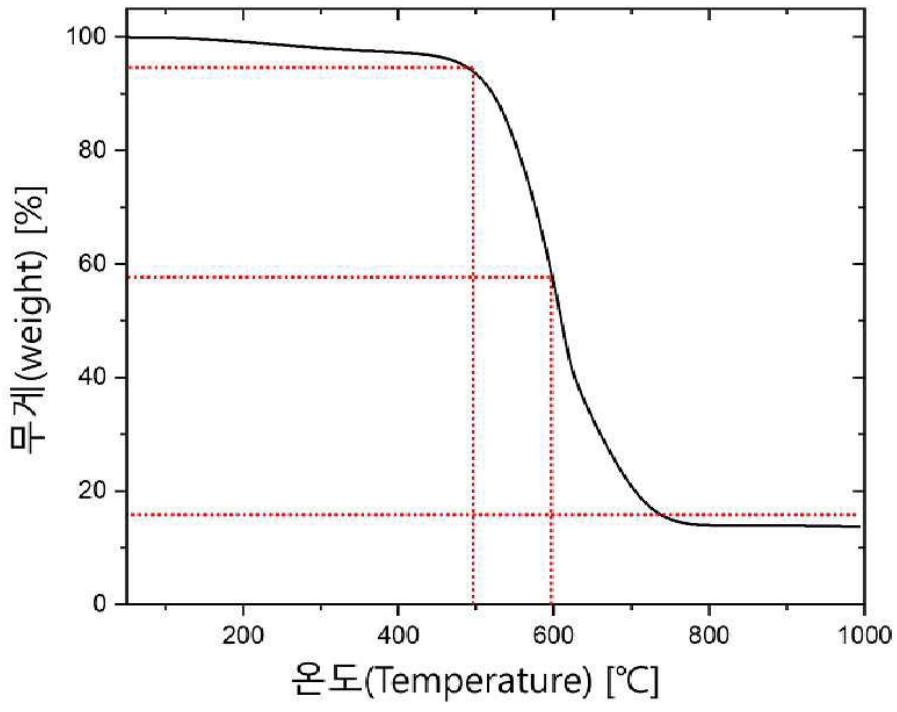


1

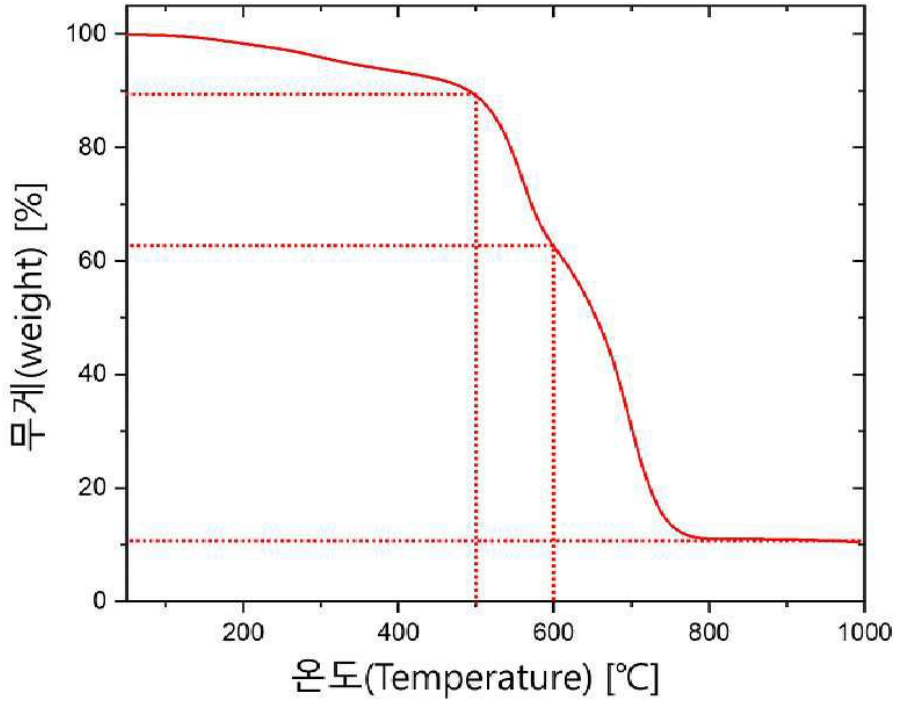
도면2


시작
반응챔버(110)의 수직 기울기를 가변하는 반응챔버기울기 가변 단계
S10
원료(10)와 캐리어가스(20)를 반응챔버(110)로 공급하는 원료공급단계
S20
S30
히터부(150)를 가열하여
나노탄소 집합체(30)를 생성하는
나노탄소 집합체 생성 단계
불순물을 배출하는
불순물 배출 단계
S40
나노탄소 집합체를 용매에 침지시켜 수축시키는 것에 의해
고밀도 나노탄소 섬유를 생성하는 나노탄소 섬유 고밀도화단계
S50
생성된 나노탄소 섬유를 권취하여 수득하는 나노탄소 섬유 수득 단계
S60
종료

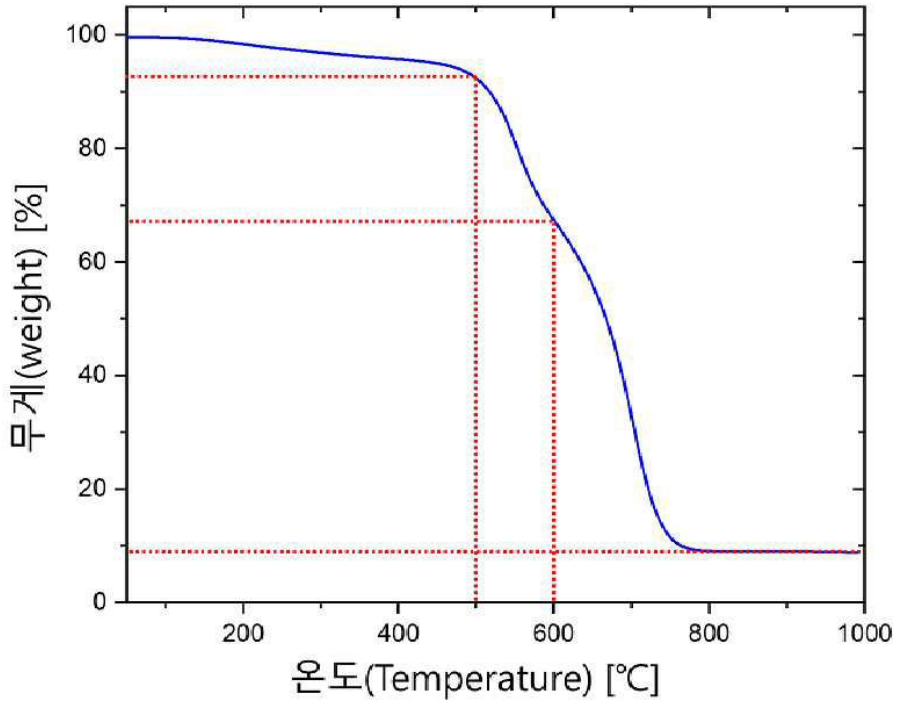
도면3


100
80
60
40
20
0
무게(weight) [%]
200
400
600
800
1000
온도(Temperature) [℃]

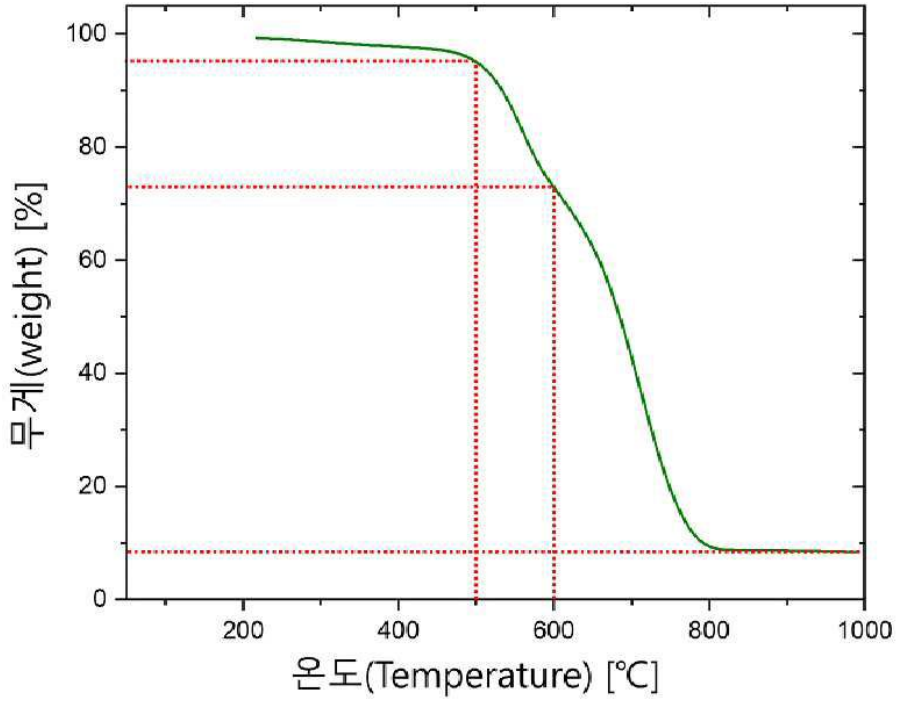
도면4


100
80
60
40
20
0
무게(weight) [%]
200
400
600
800
1000
온도(Temperature) [℃]

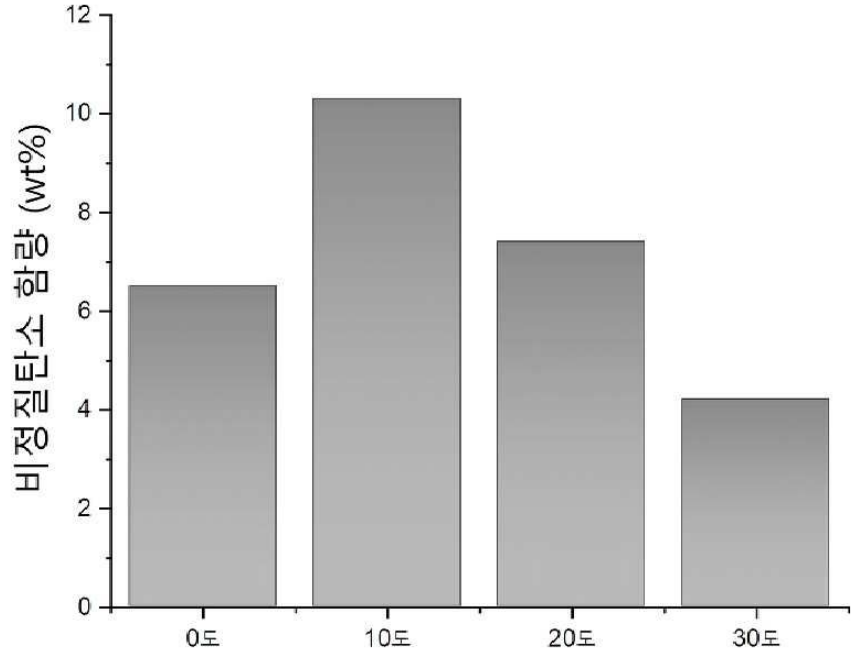
도면5


100
80
60
40
20
0
무게(weight) [%]
200
400
600
800
1000
온도(Temperature) [℃]

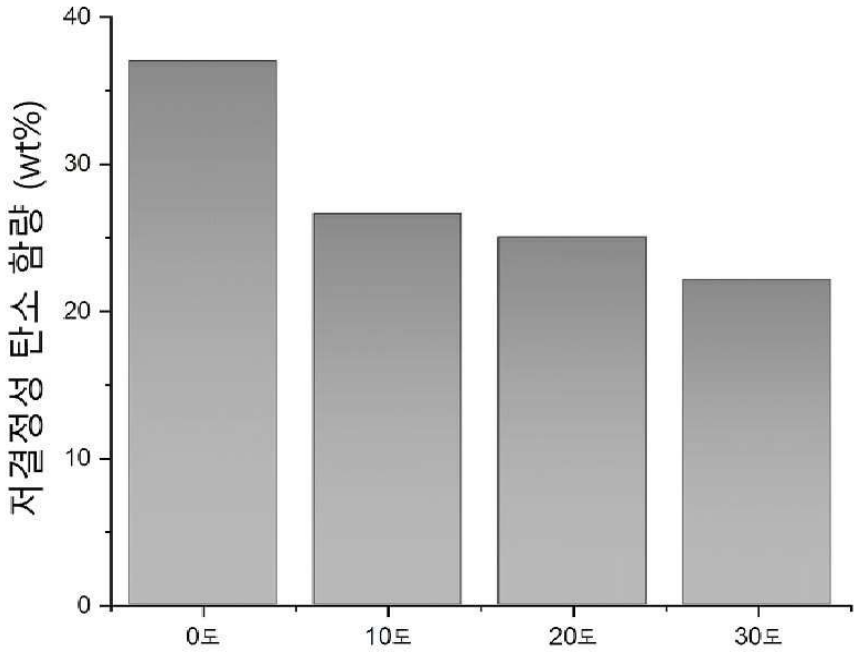
도면6


100
80
60
40
20
0
무게(weight) [%]
200
400
600
800
1000
온도(Temperature) [℃]

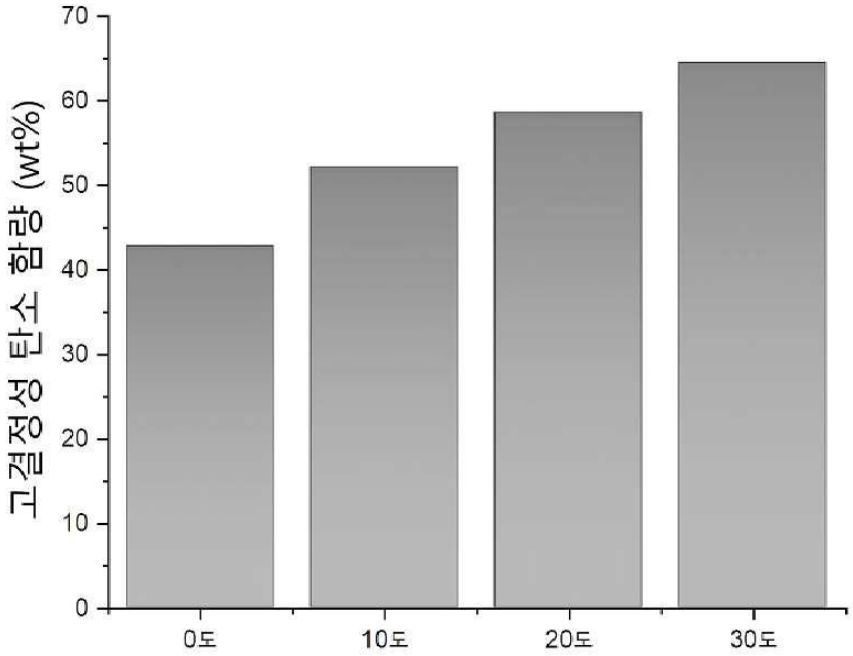
도면7


12
10
8
6
4
2
0
비정질탄소 함량 (wt%)
0도
10도
20도
30도

도면8


40
30
20
10
0
저결정성 탄소 함량 (wt%)
0도
10도
20도
30도

도면9


70
60
50
40
30
20
10
0
고결정성 탄소 함량 (wt%)
0도
10도
20도
30도

도면10

