



<http://www.fibrils.com>

Hyperion Catalysis International, Inc.는 1982년에 설립되었으며, 상업적으로 **FIBRIL™** nanotubes를 개발 연구하였다. 여기서는 특허에 기술된 내용을 중심으로 이 기업의 특징을 살펴보고자 한다. 먼저 국내출원된 이 기업의 최초특허는 출원번호 19-1988-700139(출원일 1988.6.5)이고, 미국에서는 이미 1986년도에 출원한 바 있다.

1. 특허 제88-700139호의 서지적 사항

국제출원번호 : PCT/US 98/001317(국제출원일자 1987.6.5)

국제공개번호 : WO 87/07559 (국제공개일자 1987.12.17)

공개번호 : 특1988-701179호(공개일자 1988.7.26)

공고번호 : 제90-4784호(공고일자 1990.7.5)

발명의 명칭 : 새로운 탄소세섬유와 그 제조방법 및 그를 함유한 조성물

2. 이 건 출원명세서(발명의 상세한 설명) 요약

<목적> 항공우주분야 및 스포츠 용품 분야에서 적용되는 큰 표면적과 높은 탄성을 및 높은 인장강도를 갖는 흑연 탄소 세섬유의 제조에 관한 것으로 탄화수소 전구물을 실질적으로 열분해 탄소가 존재하지 않는 탄소 필라멘트로 축매 전환시키는 방법을 제공한다.

<구성> 실질적으로 3.5나노미터 내지 70나노미터 범위내의 일정한 직경과 직경의 5배 이상 내지 100배이하 범위내의 길이를 가지며, 각각이 세섬유 원주축에 대해 근본적으로 동심원적 배열된, 별도의 내부코어 영역과 조직화 탄소원자들의 복수 연속층들로 된 외부영역으로 구성된 원주형 불연속 탄소 세섬유를 가공처리하여 탄소 세섬유를 제조하되, 소정압력하 섭씨 850도 내지 1,200도의 온도에서 소정시간동안 금속함유 입자를, 탄소함유 화합물, 금속함유 입자의 건조 중량비가 최소한 100:1 이상되는 범위로, 소정 기체상 탄소섬유 화합물과 함께 접촉시키고, 결과 산출되는 세섬유들을 회수한다.

본 발명은 1984. 12. 6자 미국특허출원 제678,701호의 연속출원으로서, 큰 표면적과 높은 탄성률 및 높은 인장강도를 갖는 흑연 탄소 세섬유(graphitic carbon fibrils)의 제조에 관한 것이다. 좀더 상세히 언급하면, 본 발명은 일반적인 고가의 흑연화온도(약 2,900°C) 사용을 필요로 하지 않고, 쉽게 수득할 수 있는 탄소전구물(carbon precursors)로부터 촉매적으로 성장 제조된 새로운 탄소 세섬유 및 그 제조방법에 관한 것이다.

(1) 발명의 배경

섬유강화 합성물들은 그들의 기계적 성질(특히 강도, 경도 및 강인성)이 그들 각 성분이나 기타의 비합성물들의 기계적 성질보다 우수하기 때문에 중요성이 커지고 있다. 그중에서도 탄소섬유로부터 제조된 합성물의 단위 중량당 강도 및 경도 등에 있어서 매우 뛰어나므로 항공우주분야 및 스포츠 용품 분야에서의 적용이 급속히 개발되고 있으나, 그들의 높은 단가로 인하여 광범위한 사용이 실질적으로 제한되고 있다.

이제까지 탄소섬유(carbon fibers)는 일반적으로, 최종 필라멘트들 내에서의 탄소원자들의 비등방성 사이트의 적절한 배향성을 확실히 하는데 요구되는, 주의깊게 유지된 장력하에서, 전구물질인 유기중합체(특히 셀룰로오즈 또는 폴리아크릴로니트릴)의 연속적인 필라멘트를 제어 열분해시킴에 의하여 제조되었다. 이렇게 제조되는 탄소섬유의 높은 단가는 예비성형된 유기 중합체 섬유의 단가, 탄화과정에서 중량손실, 값비싼 장비내에서의 느린 탄화속도에 따른 낮은 생산성, 연속 필라멘트의 파손을 막기 위하여 요구되는 취급의 어려움 등으로 인하여 당연히 유도되는 결과이다.

한편, 상기한 방법에 의한 탄소섬유 제조의 결점을 감안하여, 전구 필라멘트(precursor filament)단가 및 중량손실을 감소시키기 위하여 탄화수소 피치 섬유를 방사하고 탄화시키는 방법의 개발이 있었다. 그러나 최종

산출물에서 탄소원자들의 시이트의 정확한 배향성을 확실히 하는데 요구되는 피치 전처리, 방사조건들 및 후처리 과정은 앞서 언급한 유기중합체 처리방법에서와 마찬가지로 경비가 과도한 것이다. 전술한 두가지 방법들은 고도의 배향성 및 그에 따른 최적 물성을 성취하기 위하여 연속적인 필라멘트의 사용을 필요로 한다. 그리고 그 이하에서는 방사과정 및 후처리에서 섬유파손이 과도하게 되는, 섬유직경의 실질적인 하한(약 6-8마이크로미터)이 존재한다.

탄소섬유 제조를 위한 새로운 방법으로써, CO/H₂, 탄화수소 및 아세톤과 같은 다양한 탄소함유 기체들의 금속표면상에서의 촉매분해를 통하여 탄소필라멘트를 제조하는 것이 개발되었다. 이 필라멘트들은 다양한 형태(즉, 직선형, 가연사형, 나선형 또는 분지형 등) 및 직경(즉, 수십 옴스트롬 내지 수십 마이크론)을 가짐이 발견되었다. 일반적으로, 혼합형의 필라멘트가 수득되며, 때로는 다른 비필라멘트 탄소와 혼합된 형태로 수득된다(참고문헌 : 베이커와 해리스, Chemistry and physics of Carbon, Vol.14, 1978). 그밖에, 때때로 최초 형성되는 탄소필라멘트가 빈약하게 조직화된 열분해탄소(thermal carbon)으로 도포된다. 섬유축에 수직인 C-축들에 배향된 비교적 커다란 흑연영역을 가지며 열분해탄소 오우버코우트(thermal carbon overcoat)가 거의 없는 비교적 직선인 필라멘트들만이 강화적용에서 요구되는 높은 강도 및 인장 계수 등의 성질을 부여할 것이다. 필라멘트상 탄소의 제조를 인용하는 대부분의 문헌들은 제조된 필라멘트의 특정형태를 언급하고 있지 않으며, 따라서 그러한 필라멘트들이 강화적용에 적합한 것인가를 결정하는 것은 거의 불가능하다. 예를 들면, 베이커 등의 영국 특허 제1,499,930호(1977)에는 아세틸렌 또는 디올레핀이 675-775°C에서 촉매입자상에서 분해될 때 탄소필라멘트가 제조됨이 언급되어 있다. 그러나 그렇게 제조되는 탄소필라멘트들의 구조에 관한 사항은 전혀 언급되어 있지 않다.

테이즈와 베이커의 유럽특허출원 제EP.56,004호(1982)에는 산화철(FeOx) 기질상에서의 필라멘트상 탄소의 제조가 개시되어 있으나, 여기에서도 제조되는 탄소필라멘트들의 구조에 관한 정보는 언급되어 있지 않다.

베네트 등은 U.K. Atomic Energy Authority Report AERE-R7407에서 아세톤의 촉매 분해로부터 필라멘트상 탄소(filamentous carbon)가 형성됨을 보고하였으나, 제조되는 필라멘트상 탄소의 형태에 대한 정보 및 그러한 필라멘트 탄소의 강화물적용 안정성에 대한 언급은 없었다.

여러 그룹의 연구자들이 탄화수소의 촉매분해(catalytic decomposition)을 통한 직선형 탄소필라멘트의 제조를 발표하였다. 오벨린, 엔도 및 고야마는 Carbon 14:133(1976)에서 벤젠 등과 같은 방향족 탄화수소가 약 1100℃의 온도에서 금속 촉매 입자들과 함께 처리되어 탄소섬유로 전환됨을 보고 하였다. 그러한 탄소필라멘트들은, 덜 조직화된 열분해탄소의 오우버코우트에 의하여 둘러싸여진, 촉매 입자들의 직경과 유사한 직경을 갖는 잘 조직화된 흑연코어(graphitic core)를 포함한다. 최종 필라멘트 직경은 약 0.1미크론 내지 80미크론 범위이다. 발표자들은 흑연코어가 급격히 촉매적으로 성장되고 열분해탄소는 그 위에 용착될 것으로 추론하나, 그 두과정이 분리될 수 없을 것이라 언급하였다(참조 : Journal of Crystal Growth 32 : 335(1976)). 열분해탄소로 도포된 본래의 섬유는, 합성물에서의 강화 충전재로서는 유용하지 못한, 낮은 강도 및 강인성을 갖는다. 이러한 섬유의 전체 필라멘트를 고도로 조직화된 흑연탄소로 전환시키기 위하여는 약 2500-3000℃에서의 부가적인 고온처리가 필요하다. 비록 이러한 방법이 장력존재하에서 예비성형된 유기섬유들을 열분해시키는 방법의 난점 및 경비를 감소시키는 개선점을 갖기는 하나, 섬유성장(fiber growth) 및 고온에서의 흑연화의 두 과정을 필요로 하는 결점이 있다. 그밖에, 전술한 보고서에서는 촉매 제조에 관한 언급이 없었다.

좀 더 최근의 보고서에서는 촉매입자 제조에 대한 연구가 보고되었으나, 촉

매 코어 성장 및 열분해 탄소용착의 두가지 공정이 분리되지 않았다(참조 : Extended Abstracts, 16th Biennial Conference of Carbon, 523, (1983)).

티베츠는, Appl. Phys. Lett. 42(8) : 666(1983)에서, 950-1075°C 온도의 304 스테인리스 스틸 튜브내에서의 천연가스의 열분해를 통한 직선형 탄소 섬유 제조를 개시하였다. 그 섬유들은, 상술한 고야마와 엔도의 방법에서와 유사하게, 섬유가 우선 축매적으로 신장되고 이어 탄소의 열분해에 의하여 농후화되는 2단계 과정으로 성장제조되는 것으로 보고되었다. 티베츠는 이러한 단계들을 '오우버래핑'(overlapping)이라 칭하였으며, 열분해적으로 용착되는 탄소없이 필라멘트를 성장시키는 것이 불가능하였다고 진술하였다. 실제, 티베츠의 방법은 최소한 두가지 이유에서 실용에 적합하지 못하다. 첫째는 섬유 성장의 개시가 스틸튜브의 느린 탄화(slow carbonization, 전형적으로는 약 10시간 소요됨)후에야 비로소 일어나므로 섬유생산의 낮은 생산성을 유도한다는 것이고, 둘째는 반응튜브가 섬유 형성과정에서 소모되므로 스케일-업의 난점 및 과도한 경비를 초래한다는 것이다

(2) 본 발명의 개요

본 발명은 선행기술에서 필라멘트 신장단계(lengthening stage)와 함께 '오우버래핑'이라 칭하여진 농후화 단계(thickening stage)를 필요로 하지 않는, 탄화수소 전구물을 실질적으로 열분해 탄소가 존재하지 않는 탄소 필라멘트로 축매 전환시키는 방법을 제공하고자 하는 것이다. 이러한 방법은 물질의 강화, 매우 큰 표면적을 갖는 전극물질의 제조 및 전자기전으로부터 목적 대상물의 차폐적용에 유용한 고강도 탄소 섬유 제조의 직접제조를 가능하게 한다.

본 발명은 약 3.5 내지 70나노미터, 바람직하게는 약 7 내지 25 나노미터

의 거의 일정한 직경, 상기 직경의 약 5배 이상 내지 100배 이하 범위내의 길이, 내부 코어 및 외부 연속층 각각이 세섬유 원주 축에 대해 근본적으로 동심원적 배열된, 별도의 내부 코어 영역(inner core region) 및 조직화 탄소 원자들의 복수 연속층들로 된 외부영역(outer region)으로 구성되며, 바람직하게는 열분해 탄소 오우버코우트가 거의 없는, 원주형 불연속 탄소 세섬유(cylindrical discrete carbon fibrils)에 관한 것이다. 세섬유의 내부 코어는 속이 빈 중공형일 수도 있고, 외부영역의 조직화 탄소원자들보다 더 조직화된 흑연성 탄소원자들을 포함하는 것 일수도 있다.

본 발명의 탄소 세섬유는 약 3.5 내지 70나노미터의 거의 일정한 직경 및 상기 직경의 100배 이상의 거리를 가지며, 내부 코어 및 외부 연속층 각각이 원주축에 대하여 근본적으로 동심원적 배열된, 별도의 내부 코어 영역 및 조직화 탄소원자들의 복수 연속층들로 된 외부영역으로 구성된 원주형 불연속 탄소 세섬유를 가공처리함에 의하여 제조될 수 있다.

본 발명의 탄소 세섬유는 또한 적당한 압력하에서 적당한 시간동안 적합한 금속함유 입자를, 약 850°C 내지 1200°C의 온도에서, 탄소함유 화합물: 금속함유 입자의 건조중량비가 최소 100:1 이상되는 범위로, 적당한 기체상 탄소함유 화합물과 함께 접촉시킴에 의하여 제조될 수도 있다.

탄소 세섬유는 적당한 압력하에서 적당한 시간동안 적당한 금속함유 입자들을, 약 850°C 내지 1200°C의 온도에서, 적당한 기체상 탄소함유 화합물과 함께 연속적으로 접촉시키고, 결과 산출되는 세섬유들을 회수함에 의하여 연속적으로 제조될 수도 있다. 본 방법에 따라 제조된 세섬유들은 금속 함유 입자들과 연합되어 회수될 수도 있고 또는 금속함유 입자들로부터 분리되어 회수될 수도 있다. 연속 접촉은 금속함유 입자들을 포함하는 반응지대 내로 기체상 탄소함유 화합물을 연속적으로 도입하고 또한 반응 지대로부터 기체상 탄소함유 화합물을 회수함에 의하여 수

행될 수도 있고, 또는 한정된 부피의 기체상 탄소함유 화합물을 포함하고 있는 반응지대내로 금속함유 입자들을 연속적으로 도입하고 또한 금속함유 입자들을 연속적으로 회수함에 의하여 수행될 수도 있으며, 또는 금속함유 입자들과 기체상 탄소함유 화합물을 반응지대 내로 연속 도입하고 또한 그들을 반응지대로부터 연속 회수함에 의하여 수행될 수도 있다. 상기 탄소 세섬유 연속 제조방법에 있어서, 회수되는 기체상 탄소함유 화합물 또는 금속함유 입자들은, 불순물이나 반응부산물 등과 같은 불필요한 물질들이 제거되도록 처리한 후, 반응지대내로 재도입될 수 있다.

한편, 금속함유 입자들과 연합된 일부의 세섬유가 연속적으로 회수되고 이어서 부가적인 금속함유 입자들과 함께 분산된 다음 다시 기체상 탄소함유 화합물과의 접촉을 위하여 연속적으로 재도입되도록 방법을 구성할 수도 있다.

금속함유 입자들과 기체상 탄소함유 화합물과의 접촉은 기체상 화합물을 산출하도록 탄소와의 반응이 가능한 화합물들, 예를 들면 CO₂, H₂ 또는 H₂O 등의 존재하에서 행하여질 수도 있다. 적당한 탄소함유 화합물들로는 벤젠, 톨루엔, 크실렌, 큐멘, 에틸벤젠, 나프탈렌, 페난트렌, 안트라센 또는 그 혼합물 등의 방향족 탄화수소 ; 메탄, 에탄, 프로판, 에틸렌, 프로필렌, 아세틸렌 또는 그 혼합물 등의 지방족 탄화수소 ; 포름알데히드, 아세트알데히드, 아세톤, 메탄올, 에탄올 또는 그 혼합물 등의 산소함유 탄화수소를 포함하는 탄화수소류 및 일산화탄소 등이 있다. 적당한 금속함유 입자들로는, 1200°C 이하의 온도에서 열분해 가능한 금속염으로부터 유도된 약 3.5 나노미터 내지 70 나노미터의 직경을 갖는 입자들을 포함하여, 코발트함유 입자, 니켈함유 입자 또는 철함유 입자 등을 들 수 있다. 상기 금속함유 입자들은 화학적으로 양립할 수 있는 내화성 담체(refractory support), 예를 들면 알루미늄 담체 ; 탄소섬유, 탄소 세섬유 또는 탄소판 등의 탄소물질 ; 또는 알루미늄 실리케이트 등의 실리케이트와 같은, 적당한 담체 상에 지지될 수도 있다. 적당한 금속함유 입

자는 탄소, 카바이드 등의 탄소함유 화합물 또는 폴리스티렌이나 녹말 등의 유기중합체 내에 캡슐화되어질 수도 있다. 경우에 따라서는, 금속함유 입자의 표면이 전자기선 등에 의하여 약 850℃ 내지 1800℃의 온도로 별도 가열되어 입자의 온도가 기체상 탄소함유 화합물의 온도보다 더욱 높게 처리될 수도 있다. 하나의 특정 실시태양에 있어서, 금속함유 입자들은 약 0.1기압 내지 10기압의 압력하에서 10초 내지 30분동안 탄소함유 화합물과 접촉된다. 이 경우, 금속함유 입자는 철함유입자이고 기체상 탄소함유 화합물은 일산화탄소이며 반응온도는 약 900℃ 내지 1150℃이다. 접촉반응은 기체수소의 존재하에서 행하여질 수 있다. 철함유 입자들은 옥살산철로부터 유도된 입자일 수도 있고 탄소 등과 같은 화학적으로 적용 가능한 내화성 담체 상에 지지될 수도 있다.

본 발명은 또한 적당한 압력하 약 850℃ 내지 약 1200℃의 온도에서 적당한 시간동안 적당한 금속함유 입자들을 적당한 기체상 탄소함유 화합물과 반응시킴을 특징으로 하는, 균일한 복수의 원주형 불연속 탄소세섬유 제조방법에 관한 것이다. 바람직한 경우, 그와 같이 제조되는 세섬유 각각은 실질적으로 동일한 직경을 가져야 한다. 금속함유 입자들은 예비성형되는 것이 바람직하다.

본 발명의 세섬유는 유기중합체나 무기중합체 등의 중합체, 접착제, 금속 또는 세라믹물질과 같은 매트릭스를 갖는 합성물(composites)에 유용하다. 세섬유들은 매트릭스내에 분산되어질 수도 있고, 매트릭스내에 분산되는 세섬유 토우(tows of fibrils)로 배향될 수도 있고, 매트릭스내에 위치하는 섬유매트를 형성하도록 함께 엉기어질 수도 있다.

그밖에, 본 발명은 각각 탄소함유, 탄소플레이트 또는 탄소세섬유 및 그 외면을 감싸며 고착된 다수의 탄소세섬유들로 구성되는, 퍼리섬유(furry fiber), 퍼리 플레이트(furry plate) 또는 분지 세섬유에 관한 것이다. 이러

한 퍼리섬유, 퍼리 플레이트 또는 분지 세섬유들은 각각 탄소 섬유, 탄소 플레이트 또는 탄소 세섬유의 외면상에 적당한 금속함유 입자들을 분산시키고, 이어 적당한 압력하에서 적당시간 동안 적합한 기체상 탄소 함유 화합물과 함께 고온 접촉시킴에 의하여 제조될 수 있다. 상기한 퍼리 섬유, 퍼리 플레이트 또는 분지 세섬유 및 매트릭스로 구성되는 합성물은 분산 또는 합침 등의 공지기술에 의하여 제조될 수 있다.

본 발명의 탄소 세섬유(세섬유 토우 포함), 세섬유 매트, 퍼리섬유, 퍼리 플레이트, 분지 세섬유들은 구조 물질의 강화, 물질의 전기전도성 또는 열전도성 향상, 전극 또는 전해물 캐패시터 플레이트의 표면적 증가, 촉매용 담체의 제공 또는 전자기선으로부터 목적대상물의 차폐적용 등에 유용하게 사용된다.

본 발명은 또한 탄소, 탄소함유 화합물 또는 유기 중합체내에 금속함유 촉매입자들을 캡슐화시키는 방법에 관한 것이다. 적당한 금속함유 입자는, 1200°C 이하의 온도에서 열분해 가능한 금속염으로부터 유도된 입자를 포함하여, 코발트 함유입자나 니켈함유입자 또는 철함유입자 등이며, 이들은 알루미늄 담체, 탄소섬유나 탄소세섬유 등의 탄소물질 또는 실리케이트 등과 같은 화학적으로 양립할 수 있는 내화성 담체상에 지지될 수 있다.

근본적으로 균일한 다수의 캡슐화된 금속함유 입자들을 제조하는 방법은 금속함유 입자들을 800°C 이하의 적당한 온도에서 적당한 시간동안 탄소함유 화합물과 함께 처리하는 것이다. 일례로서, 옥살산철 입자는 약 200°C 내지 600°C의 온도에서 1시간 동안 아세틸렌과 함께 처리함에 의하여 캡슐화될 수 있다. 캡슐화 금속함유 입자는, 앞서 언급한 탄소세섬유 제조반응 등과 같은 반응들에서 반응을 촉진하는데 사용될 수 있다.

본 발명에 따라서, 약 3.5 나노미터 내지 70 나노미터의 일정한 직경과 상

기 직경의 약 5배 이상-약 100배 이하 범위내의 길이를 갖고, 내부 코어 및 외부 연속층 각각이 세섬유 원주축에 대해 근본적으로 동심원적으로 배열된, 별도의 내부코어 영역(inner core region) 및 조직화 탄소원자들의 복수 연속층들로 된 외부영역(outer region)으로 구성되며, 바람직하게는 열분해 탄소 오우버코우트가 거의 없는, 원주형 탄소 세섬유가 제공된다.

여기서 '원주형'이란 어휘는 광범위한 기하학적 의미로서 사용되는 것으로서, 그 단면이 원 뿐만 아니라 타원인 것도 포함하는 것이다. 세섬유의 내부코어는 속이 빈 중공형일 수도 있고, 외부영역의 조직화 탄소원자들 보다는 덜 조직화된 흑연성 탄소원자들을 포함하는 것일 수도 있다. 조직화 탄소원자들은 세섬유의 원주축에 수직인 그들의 C축들을 갖는 흑연영역을 의미한다.

한가지 실시태양에 있어서, 세섬유의 길이는 그 직경의 약 20배 이상일 수 있다. 다른 실시태양에 있어서, 세섬유의 직경은 약 7 내지 25 나노미터인 것이 바람직할 수 있다. 그리고 내부 코어 영역은 약 2 나노미터 이상의 직경을 가질 수 있다.

본 발명에 따른 탄소 세섬유는 약 3.5 내지 70 나노미터의 거의 일정한 직경 및 상기 직경의 100배 이상의 길이를 가지며, 내부코어와 외부연속층 각각이 섬유 원주 축에 대하여 근본적으로 동심원적으로 배열된, 별도의 내부 코어 영역 및 조직화 탄소원자들의 복수 연속층들로 된 외부영역으로 구성된 원주형 불연속 이차 탄소 세섬유를 가공처리함에 의하여 제조될 수 있다. 여러 가지 가공처리 방법이 사용될 수 있다. 한가지 방법은 그라인딩, 밀링 등의 기계적 수단에 의하여 이차 탄소 세섬유를 단편화하는 것이다. 다른 한가지 방법은 유체 매개체 내에서 산출되는 전단력과 함께 이차 탄소 세섬유를 개조시키는 것이다. 좀더 상세히 말하면, 유체 또는 반유체 매개체내에 이차 탄소 세섬유를 함유시키고, 이

차 탄소 세섬유를 본 발명에 따른 탄소 세섬유로 개조시키기에 충분한 전단력을 산출하도록, 결과의 혼합물을 압출, 사출 등의 성형공정에 적용시키는 것이다.

본 발명은 원주형 불연속 탄소 세섬유를 제조하는 다른 방법을 제공한다. 본 방법은 적당한 압력하에서 적당한 시간동안 적당한 금속함유 입자들(즉, 촉매)을, 약 850°C 내지 1200°C의 온도에서 적당한 기체상 탄소함유 화합물(즉, 전구물질)과 함께 접촉시키는 것이다. 여기서, 탄소함유 화합물(전구물질)과 금속함유입자(촉매)의 건조 중량비는 최소한 100:1 이상인 것이 바람직하다.

본 발명은 또한, 탄소 세섬유의 연속제조방법을 제공한다. 본 발명의 방법은 적당한 압력하에서 적당한 시간동안 적당한 불연속적인 금속함유 입자들(촉매)을, 약 850 내지 1200°C의 온도에서, 적당한 기체상 탄소함유 화합물(전구물질)과 함께 연속적으로 접촉시키고 결과 산출되는 탄소 세섬유들을 회수하는 것이다. 세섬유들은 금속함유 입자들과 연합되어 함께 회수될 수도 있고, 또는 10% 염산수용액 내로의 금속입자 추출 등의 방법에 의하여 금속함유 입자들로부터 분리회수될 수도 있다.

한가지 실시태양에 있어서, 연속 접촉반응은 촉매 입자들을 포함하는 반응 지대, 예를들면 촉매의 팩베드나 유동베드를 갖춘 플로우 타우어 반응조, 내로 기체상 전구물질을 연속적으로 도입하고, 또한 반응지대로부터 전구물질을 연속적으로 회수함에 의하여 수행된다. 다른 실시태양에 있어서, 연속 접촉반응은 기체상 전구물질을 포함하고 있는 반응지대내로 촉매입자들을 연속적으로 도입하고, 또한 상기 반응지대로부터 촉매 입자들을 연속적으로 회수함에 의하여 수행된다. 또 다른 실시태양에 있어서, 연속접촉반응은 촉매입자들과 기체상 전구물질 둘다를 반응지대내로 도입하고, 또한 반응지대로부터 회수함에 의하여 수행된다.

상기한 탄소 세섬유 연속 제조방법에 있어서, 회수된 기체상 전구물질과 금속 함유입자(촉매)는 불순물과 불활성촉매 또는 섬유 제조과정에서 형성된 부산물 등과 같은 불필요한 물질들이 제거되도록 처리된 다음 다시 반응지대로 재도입될 수 있다. 전구물질이 일산화탄소인 경우, 그 대부분이 일산화탄소와 이산화탄소이고 단지 소량의 잔존 불순물이 포함된 용출 기체는 그 일부를 일소시키고 거기에 소정량의 순수한 일산화탄소를 첨가시킴으로써 정화처리될 수 있다. 그밖에 용출기체를 모노에탄올아민(MEA)과 같은 적당한 이산화탄소 흡수화합물과 함께 처리할 수도 있으며, 용출기체를 적당한 탄소원(carbon source)에 통과시켜 용출기체내에 존재하는 이산화탄소를 일산화탄소로 전환시키는 처리방법도 사용될 수 있다. 그리고 전구물질이 탄화수소인 경우에는 세섬유 제조과정동안 생성된 수소를 제거함에 의하여 정화처리할 수 있다. 촉매를 정화 처리하여 재도입하는 경우 그 처리방법은 자기적 수단에 의하여 불활성 촉매로부터 활성촉매를 분리하는 것이다.

한편, 탄소세섬유를 연속적으로 제조하는 다른 방법으로서, 금속함유 입자들(촉매)과 연합된 일부의 탄소 세섬유가 연속적으로 회수되고 이어 부가적인 금속함유 입자들(촉매)과 함께 분산된 다음 다시 기체상 탄소 함유 화합물(전구물질)과의 접촉을 위하여 재도입되도록 구성된 방법을 사용할 수도 있다. 본 발명에 있어서, 반응 파라미터들의 적당한 조화에 따라, 다양한 종류의 기체상 탄소함유 화합물들이 전구물질로서 적합하게 사용될 수 있다. 한 실시예에 있어서 적당한 전구물질은 일산화탄소이고, 다른 실시예에 있어서 적당한 전구물질은 탄화수소일 수 있다. 적당한 탄화수소 화합물은 벤젠, 톨루엔, 크실렌, 큐멘, 에틸벤젠, 나프탈렌, 페난트렌, 안트라센 또는 그 혼합물 등의 방향족 탄화수소 ; 및 메탄, 에탄, 프로판, 에틸렌, 프로필렌, 아세틸렌 또는 그 혼합물 등의 지방족 탄화수소이다. 한편, 바람직한 탄화수소는 구입의 용이성, 저렴한 단가, 열적 안

정성 및 적은 독성 등의 장점을 가진 메탄이다. 그밖에 사용할 수 있는 탄화수소 화합물로는 산소함유 탄화수소가 있는데, 예를 들면 메탄올이나 에탄올과 같은 알코올류, 아세톤과 같은 케톤류 및 포름알데히드나 아세트알데히드와 같은 알데히드류이다. 특정 전구물질과 더불어 중요한 반응 파라미터들은, 촉매조성 및 전처리조건, 촉매담체, 전구물질의 온도, 촉매의 온도, 반응압력, 잔류시간 및 성장시간, 원료조성, 희석제(예 : Ar)의 존재유무 및 그 농도, 기체상 산물을 산출하도록 탄소와 반응될 수 있는 화합물들(예 : CO₂, H₂, H₂O)의 존재유무 및 그 농도 등이다. 반응 파라미터들은 상당한 상호의존성을 가지며, 반응 파라미터들의 적합한 조화는 특정 탄소함유 화합물(전구물질)에 크게 좌우된다. 전이금속 함유 입자들은 적당한 반응파라미터들과 함께 사용될 경우 촉매로서 매우 유용하다. 바람직한 실시태양에 있어서, 전이금속함유 입자들은 약 3.5 나노미터 내지 70 나노미터의 직경을 가지며 철, 코발트, 니켈 또는 그 혼합물을 포함하여 구성된다. 그밖에, 적당한 금속함유 입자들이 금속염을 섬유제조온도, 즉 1200°C 이하의 온도에서 금속입자들 또는 금속산화물 입자들로 열분해시킴에 의하여 유도될 수도 있다. 이 경우 적당한 금속염들로는 금속 탄산염, 금속중탄산염, 금속질산염, 금속구연산염 및 금속 옥살산염(예 : 옥살산철 등)이 있다.

본 발명의 한가지 실시태양에 있어서, 금속함유 입자들은 기체 산물을 산출하도록 탄소와 반응될 수 있는 화합물의 존재하에서 탄소함유 화합물과 접촉된다. 기체 산물을 산출하도록 탄소와 반응될 수 있는 적당한 화합물은 CO₂, H₂ 또는 H₂O이다. 촉매입자들은 상당히 균일한 직경을 가지며, 서로서로 분리되어 있거나 또는 매우 약한 결합력의 혼합체로서 서로 혼합 유지되어 있는 것이 바람직하다. 입자들은, 반응 조건하 또는 전처리과정에서 그들이 용이하게 활성화될 수 있는 한, 반응조에 도입되기 전에 미리 활성화된 상태로 존재할 필요는 없다. 특정 전처리 조건의 선택은 사용될 촉매입자들과 탄소함유 화합물에 크게 좌우되며, 또한 기

타의 반응 파라미터들에도 좌우된다. 금속함유 입자들은 금속산화물, 금속 수산화물, 금속 탄산염, 금속 카르복시산염이나 금속질산염 등과 같은 최적의 형태로서 침전제조될 수 있다. 균일한 미세입자의 침전 및 안정화를 위한 공지의 콜로이드계 기술들이 적용될 수 있다. 예를들면, 수화산화철(III)을 분산 용이한 수 나노미터 직경의 균일한 구상입자들로 침전시키는 공지의 방법(스피로등, J. Am.Chem.Soc.88(12) : 2721-2726(1966) ; 89(2) : 5555-5559 및 5559-5562(1967) 참조)이 촉매침전에 사용될 수 있다.

촉매입자들은 화학적으로 적합한 내화성 담체상에 부착되지될 수도 있다. 그러한 담체는 반응조건하에서 반드시 고체상태로 유지되어야 하고 촉매를 오염시키지 않아야 하며, 필요한 경우 산출된 세섬유들로부터 용이하게 분리될 수 있어야 한다. 적당한 내화성 담체들로는 알루미늄, 카이본, 수정, 실리카, 멀라이트 및 규산알루미늄 등이 있다. 담체는 반응조에 용이하게 도입되고 또한 반응조로부터 용이하게 회수될 수 있도록 얇은 필름이나 판과 같은 형태를 갖는 것이 바람직하다. 탄소함유 또는 예비성형된 탄소 세섬유 또한 적당한 담체물질로서 사용될 수 있다. 촉매입자들을 상호 분리시키는 바람직한 방법은, 세섬유 제조에 영향을 주지 않는 조건하에서, 입자들을 탄소 또는 카바이드와 같은 탄소함유 화합물 내에 캡슐화시키는 것이다. 촉매가 철함유 입자인 경우, 캡슐화는, 입자들이 탄소함유 화합물로 싸여지도록 세섬유 제조온도보다 낮은 약 800°C 이하의 온도에서 소정시간 동안 입자들을 일산화탄소 또는 아세틸렌과 같은 탄소함유 화합물과 함께 전처리시킴에 의하여 수행될 수 있다.

이러한 방법의 한가지 바람직한 실시예를 들면, 옥살산철 입자들을 약 400°C에서 약 1시간 동안 부피비 9:1의 아르곤-아세틸렌 혼합물과 함께 전처리시키는 것이다. 전처리동안, 옥살산철 입자들은 열분해에 의하여 탄소함유 중합체내에 캡슐화되어진 철함유 입자들로 전환된다. 캡슐화된 철함유 입자들은 그 형태 그대로 탄소세섬유 제조의 촉매로서 사용될 수

도 있고, 또는 산화철 입자들을 형성하도록 적당한 조건하에서 산화처리될 수 있다. 산화처리는 철 함유 입자를 350°C에서 약 2시간 동안 공기 또는 희석된 산소 함유 기체와 함께 접촉시킴에 의하여 행할 수 있다. 촉매 입자들은 폴리스티렌 또는 전분 등과 같은 유기 중합체 내에 캡슐화되어 질 수도 있다.

탄소세섬유 제조에 있어서, 반응조 총부피를 통하여 세섬유 성장을 개시함에 의하여 더욱 높은 생산성이 달성될 수 있다. 세섬유 성장의 개시방법은 미세하게 나누어지고 잘 분배된 촉매 입자들을 반응조에 확산시키는 것을 포함한다. 입자들은 예비성형될 수도 있고, 반응조 자체내에서 금속 함유 기체의 열분해에 의하여 형성될 수도 있다. 예를 들면, 철 입자들은 페로센 기체(ferrocene vapor)로부터 형성될 수 있다. 반응온도는 세섬유 제조를 위하여 촉매 입자들이 활성화될 수 있을 만큼 충분히 높되, 열분해 탄소의 형성을 수반하는 기체상 탄소 함유 화합물의 열분해를 초래하지 않을 정도로 낮아야 한다. 정확한 온도 한계선은 특정 촉매 시스템 및 사용되는 기체상 탄소 함유 화합물의 종류에 의하여 좌우될 것이다. 예를 들면, 벤젠은 약 1000°C까지 역학적으로 및 열적으로 안정하고, 메탄은 약 950°C까지 안정하며, 아세틸렌은 약 500°C까지 안정하다. 활성, 섬유 생산 촉매에 대하여 요구되는 온도 근처 내지 아래의 온도에서 기체상 탄소 함유 화합물의 열분해가 일어나는 경우에는, 촉매가 기체상 탄소 함유 처리온도보다 높은 온도에서 선택적으로 가열될 수 있다. 그러한 선택적 가열은, 예를 들면 전자기선 가열 등에 의하여 성취될 수 있다. 본 발명의 탄소 세섬유는 광범위한 소망 압력하에서 제조될 수 있는데, 최적 압력은 경제적 측면을 고려하여 선택되어진다. 바람직한 반응 압력은 반응 약 1/10 기압 내지 10기압이며, 더욱 바람직한 반응 압력은 대기압 정도이다.

본 발명의 제조방법의 한 실시태양에 있어서, 기체 일산화탄소 : 철 함유

입자의 건조중량비가 1000:1 이상되는 조건으로, 약 1기압에서 10초 내지 30분 동안 적당한 철함유 입자들을 기체 일산화탄소와 접촉시킴에 의하여 탄소 세섬유가 제조된다. 다른 실시태양에 있어서는, 탄소함유 화합물과 철함유 입자의 건조중량비가 1000:1 이상되는 조건으로, 약 1기압에서 약 1분 내지 5분 동안 적당한 철함유 입자들을 기체상 벤젠/수소 혼합물(벤젠 : 수소의 비가 약 1:9)내의 벤젠과 접촉시킴에 의하여 탄소세섬유가 제조된다. 상기한 방법에 있어서, 철함유 입자들은 화학적으로 적용 가능한 내화성 담체상에 지지되는 것이 바람직하다. 유용한 내화성 담체로는 알루미나 등을 들 수 있다.

본 발명에 따라 제조된 탄소 세섬유는 성장하는 동안 고도로 흑연화된 다. 섬유의 장축(세로축)을 중심으로 동심원적으로 둘러싸는 각각의 외부 흑연 탄소층은 나무의 나이테와 유사하다. 내부 중공 코어(hollow core)는 직경이 통상 수 나노미터 정도인데, 덜 조직화된 탄소들로 부분적으로 또는 전체적으로 충전될 수 있다. 코어를 둘러싸는 탄소층은 수백 나노미터 정도까지 확장될 수 있다. 인접층간의 거리는 고해상도 전자현미경에 의하여 측정될 수 있는데, 단일 결정상 흑연에서 관찰되는 공간, 즉 약 0.3339 내지 0.348 나노미터 보다 약간 큰 정도이어야 한다.

본 발명은 실질적으로 균일한 다수의 원주형 불연속적 탄소 세섬유들 및 그 제조방법을 제공한다. 제조되는 다수의 탄소세섬유들은 각각의 세섬유 직경이 상호 거의 동일하다는 점에서 근본적으로 균일하다. 바람직하게는, 각각의 탄소 세섬유가 열분해 탄소를 포함하지 않는다. 다수의 균일한 탄소세섬유는, 약 850°C 내지 1200°C의 온도에서 적당한 압력하 적당한 기체상 탄소함유 화합물과 연속 접촉시키는 방법에 의하여 제조될 수 있다.

이러한 방법에 의하여 각 탄소세섬유의 직경이 거의 동일한 다수의 균일한 원주형 불연속적 탄소 세섬유들이 제조될 수 있다. 본 발명은 본 발명

의 탄소세섬유 및 구조물질로 구성되는 합성물(composites)을 제공한다. 그러한 합성물은 열분해 탄소나 비열분해 탄소 또는 유기 중합체(예를 들면, 폴리아미드, 폴리에스테르, 폴리에테르, 폴리이미드, 폴리술폰, 폴리페닐렌, 폴리우레탄, 에폭시수지) 등의 매트릭스를 포함한다. 특히 바람직한 실시태양에 있어서 매트릭스는 탄성중합체, 열가소성 중합체 및 열경화성 중합체이다. 다른 실시태양에 있어서, 합성물의 매트릭스는 세라믹 물질과 같은 무기 중합체이거나 또는 유리와 같은 중합체 무기산화물이다. 바람직한 것들로는 판유리나 기타의 성형유리, 실리케이트 세라믹, 및 산화알루미늄, 탄화실리콘, 질화실리콘 및 질화붕소 등과 같은 기타의 내화성 세라믹류가 있다.

또다른 실시태양에 있어서, 합성물의 매트릭스는 금속이다. 적당한 금속으로는 알루미늄, 마그네슘, 납, 구리, 텅스텐, 티탄, 니오븀, 하프늄, 바나듐 및 그들의 혼합물과 합금들을 들 수 있다. 그밖에 합성물의 매트릭스로는 접착제가 있다.

본 발명의 탄소 세섬유는 전기장적용, 적당한 전단력적용 또는 혼합 등의 방법에 의하여 매트릭스내에 분산되거나 배향 매립될 수도 있고, 함침 등의 방법에 의하여 매트릭스 내에 매립될 수도 있으며, 스프레이 방법 등에 의하여 매트릭스 내에 주입될 수도 있다.

탄소 세섬유는 세라믹 물질과 같은 다공성 매트릭스내에서 즉석 가공되어질 수도 있다. 그러한 즉석제조의 한 방법은 세라믹 매트릭스 내에 촉매를 분산시키고 다공성 세라믹 매트릭스를 통하여 기체상 탄소함유 화합물을 통과시킴에 의하여 매트릭스 내에서 탄소세섬유를 촉매성장시키는 것이다. 다수의 탄소 세섬유가 탄소섬유 매트릭스를 형성하도록 하는 방법으로 제조될 수도 있다.

연속적으로 탄소 세섬유를 제조하는 방법을 실시함에 있어서, 지지판 또는 필터상에 세섬유들을 회수 및 수집함에 의하여 섬유매트를 제조할 수 있다. 적당한 회수 필터로는 스크린류의 표면 필터(surface filters) 및 모래베드 또는 중합체의 올리고머 등의 액체 베드와 같은 심층필터 등이 있다. 그밖에 탄소 세섬유들이 서로 엉키도록 처리하여 매트를 제조할 수도 있다.

본 발명은 또한 각각 탄소섬유, 탄소플레이트 또는 탄소 세섬유 및 그 외면을 감싸며 고착된 다수의 탄소세섬유들로 구성되는, 퍼리 섬유(furry fiber), 퍼리 플레이트(furry plate) 또는 분지 세섬유(branched fibrils)를 제공한다. 그러한 퍼리섬유, 퍼리플레이트 또는 분지 세섬유는 각각 탄소 섬유, 탄소플레이트 또는 탄소세섬유의 외면상에 적당한 금속함유 입자들을 분산시키고, 이어 적당한 압력하에서 소정시간 동안 적당한 기체상 탄소함유 화합물과 함께 접촉시킴에 의하여 제조될 수 있다.

본 발명은 또한 상기한 퍼리섬유, 퍼리매트, 퍼리플레이트 또는 분지 세섬유를 포함하여 구성하는 합성물을 제공한다. 퍼리섬유, 퍼리매트, 퍼리플레이트 및 분지세섬유는, 앞서 탄소 세섬유 함유 합성물에서 언급한 바와 마찬가지로, 분산, 함침 또는 주입 등의 방법에 의하여 매트릭스나 합성물 내에 도입될 수 있다.

본 발명에 따라 제공되는 탄소세섬유, 퍼리매트, 퍼리섬유, 퍼리플레이트 및 분지 세섬유들은 여러 가지 적용에 매우 유용하다. 한가지 적용 분야는 강화(reinforcement)에 효과적인 양으로 탄소세섬유, 퍼리섬유, 퍼리플레이트 또는 분지 세섬유를 대상물에 혼합함으로써 구조물질을 강화하는 것이다. 두 번째는 적용분야는 탄소세섬유, 매트, 퍼리섬유, 퍼리플레이트나 분지세섬유 중 한가지 또는 두가지 이상을 전극 또는 전해질 캐패시터 플레이트에 적용하여 그 표면적을 증가시키는 것이다. 세 번째

적용분야는 본 발명의 탄소세섬유, 퍼리섬유, 매트, 퍼리플레이트를 촉매용 담체로서 사용하는 것이다.

네 번째 적용분야는 물질의 전기전도성을 향상시키기에 효과적인 양의 탄소 세섬유, 매트, 퍼리섬유, 퍼리플레이트 또는 분지세섬유를 물질내로 도입함으로써 물질의 전기전도성을 향상시키는 것이다. 그밖의 적용분야는 물질의 열전도성을 향상시키기에 효과적인 양의 탄소세섬유, 매트, 퍼리섬유, 퍼리플레이트 또는 분지세섬유를 물질내로 도입함으로써 물질의 열전도성을 향상시키는 것이다. 기타의 적용분야는 탄소세섬유, 매트, 퍼리섬유, 퍼리플레이트 또는 분지세섬유를 차폐 효과적인 양으로 목적대상물에 혼합함으로써 전자기선으로부터 목적대상물의 차폐를 제공하는 것이다.

실시예는 생략합니다.

3. 특허청구범위 - 총123항

청구항 1

실질적으로 3.5나노미터 내지 70나노미터 사이의 일정한 직경과 상기 직경의 5배 이상-10배 이하의 범위내의 길이를 가지며, 각각의 세섬유 원주축에 대하여 근본적으로 동심원적 배열된, 별도의 내부 코어 영역과 조직화된 탄소원자들의 복수 연속층들로 된 외부영역으로 구성된 원추형 불연속 탄소 세섬유.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 내부코어가 중공형태임을 특징으로 하는 탄소 세섬유.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 내부코어 영역이 조직화 탄소원자들보다는 덜 조직화된 탄소원자들로 구성된 것임을 특징으로 하는 탄소 세섬유.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 조직화 탄소원자가 흑연화 탄소임을 특징으로 하는 탄소 세섬유.

청구항 5

제1항에 있어서, 세섬유 길이가 직경의 20배 이상임을 특징으로 하는 탄소 세섬유.

청구항 6

제1항에 있어서, 세섬유 직경이 7나노미터 내지 25나노미터 임을 특징으로 하는 탄소 세섬유.

청구항 7

제1항에 있어서, 내부코어 영역이 2나노미터 이상의 직경을 가짐을 특징으로 하는 탄소 세섬유.

청구항 8

실질적으로 3.5나노미터 내지 70나노미터 범위 내의 일정한 직경과 상기 직경의 5배 이상 내지 100배 이하 범위내의 길이를 가지며, 각각이 세섬유 원주축에 대해 근본적으로 동심원적 배열된, 별도의 내부코어 영역과 조직화 탄소원자들의 복수 연속층들로 된 외부영역으로 구성된, 복수의 원주형 불연속 탄소 세섬유들.

청구항 9

실질적으로 3.5나노미터 내지 70나노미터 범위내의 일정한 직경과 상기 직경의 5배 이상 내지 100배 이하 범위내의 길이를 가지며, 각각이 세섬유 원주축에 대해 근본적으로 동심원적 배열된, 별도의 내부코어 영역과 조직화 탄소원자들의 복수 연속층들로 된 외부영역으로 구성된 원주형 불연속 탄소 세섬유를 가공처리하여 상기 실시예 1에 기재된 탄소 세섬유를 제조 하는 방법.

청구항 10

소정압력하 850℃ 내지 1200℃의 온도에서 소정시간동안 소정 금속함유 입자를, 탄소함유 화합물 : 금속함유 입자의 건조 중량비가 최소한 100:1

이상되는 범위로, 소정 기체상 탄소함유 화합물과 함께 접촉시킴을 특징으로 하는 상기 실시예 1에 기재된 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 11

소정압력하 850℃ 내지 1200℃의 온도에서 소정시간동안 소정 금속함유 입자들을 소정 기체상 탄소함유 화합물과 함께 연속적으로 접촉시키고, 결과 산출되는 세섬유들을 회수함을 특징으로 하는 연속적인 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 12

제11항에 있어서, 상기 연속접촉이 금속함유 입자들을 포함하고 있는 반응지대 내로 기체상 탄소함유 화합물을 연속적으로 도입하고, 또한 반응지대로부터 탄소함유 화합물을 연속적으로 회수함에 의하여 수행되는 것을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 13

제11항에 있어서, 상기 연속 접촉이 기체상 탄소함유 화합물을 포함하고 있는 반응지대 내로 금속함유 입자들을 연속적으로 도입하고, 또한 반응지대로부터 금속함유 입자들을 연속적으로 회수함에 의하여 수행되는 것을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 14

제11항에 있어서, 상기 연속접촉이 금속함유 입자들과 기체상 탄소함유 화합물을 함께 반응지대 내로 연속적으로 도입하고, 또한 그들을 반응지대로부터 연속적으로 회수함에 의하여 수행되는 것을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 15

제12항에 있어서, 회수되는 기체상 탄소함유 화합물이 불순물 및 반응부산물 제거 처리후 반응지대 내로 연속적으로 재도입됨을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 16

제15항에 있어서, 기체상 탄소함유 화합물은 일산화탄소이고, 제거처리

되는 반응지대로부터 회수된 일산화탄소로부터 이산화탄소 불순물을 제거하는 것임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 17

제13항에 있어서, 회수된 금속함유 입자들이 불필요한 불순물제거 처리되고 산출된 탄소 세섬유는 분리 회수된 다음 불순물 처리된 금속함유 입자들이 반응지대 내로 재순환됨을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 18

제11항에 있어서, 탄소 세섬유가 금속함유 입자들과 연합하여 회수됨을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 19

제18항에 있어서, 상기 금속함유 입자들과 연합된 탄소 세섬유가 연속적으로 회수됨을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 20

제19항에 있어서, 금속함유 입자들과 연합된 일부 탄소 세섬유가 연속적으로 회수되고 이어 부가적인 금속함유 입자들과 함께 처리된 다음, 다시 기체상 탄소함유 화합물과의 접촉을 위하여 연속적으로 재도입됨을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 21

제11항에 있어서, 금속함유 입자들과 기체상 탄소함유 화합물과의 접촉이 기체상 화합물을 산출하도록 탄소와의 반응이 가능한 화합물 존재하에서 행하여 짐을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 22

제21항에 있어서, 상기 탄소와의 반응 가능한 화합물이 CO₂, H₂ 혹은 H₂O임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 23

제11항에 있어서, 상기 탄소함유 화합물이 일산화탄소임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 24

제11항에 있어서, 상기 탄소함유 화합물이 탄소수 화합물임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 25

제24항에 있어서, 상기 탄화수소 화합물이 산소함유 화합물임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 26

제25항에 있어서, 산소함유 탄화수소 화합물이 포름알데히드, 아세톤, 메탄올, 에탄올 및 그 혼합물로 구성된 그룹으로부터 선택된 것임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 27

제24항에 있어서, 상기 탄화수소 화합물이 방향족 화합물임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 28

제27항에 있어서, 상기 방향족 탄화수소가 벤젠, 톨루엔, 크실렌, 큐멘, 에틸벤젠, 나프탈렌, 페난트렌, 안트라센 및 그 혼합물로 구성된 그룹으로부터 선택된 것임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 29

제24항에 있어서, 상기 탄화수소 화합물이 지방족 탄화수소 화합물임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 30

제29항에 있어서, 상기 지방족 탄화수소가 메탄, 에탄, 프로판, 에틸렌, 프로필렌, 아세틸렌 및 그 혼합물로 구성된 그룹으로부터 선택된 것임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 31

제30항에 있어서, 상기 탄화수소 화합물이 메탄임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 32

제11항에 있어서, 금속함유 입자가 3.5나노미터 내지 70나노미터의 직경을 갖는 철함유 입자, 코발트함유 입자이거나 니켈함유 입자임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 33

제11항에 있어서, 금속함유 입자가 화학적으로 적용 가능한 내화성 담체에 지지된 것임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 34

제33항에 있어서, 상기 담체가 알루미늄임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 35

제33항에 있어서, 상기 담체가 탄소임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 36

제35항에 있어서, 상기 탄소가 탄소섬유임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 37

제35항에 있어서, 상기 탄소가 탄소 세섬유임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 38

제35항에 있어서, 상기 탄소가 탄소 플레이트임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 39

제33항에 있어서, 상기 담체가 실리케이트임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 40

제39항에 있어서, 상기 실리케이트가 알루미늄 실리케이트임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 41

제11항에 있어서, 금속함유 입자들이 금속염들로부터 유도된 것임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 42

제41항에 있어서, 상기 금속염이 옥살산철 임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 43

제11항에 있어서, 금속함유 입자들이 탄소 또는 탄소함유 화합물내에 캡슐화된 것임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 44

제42항에 있어서, 금속함유 입자들이 유기 중합체 내에 캡슐화된 것임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 45

제44항에 있어서, 유기 중합체가 폴리스티렌임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 46

제44항에 있어서, 상기 유기 중합체가 전분임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 47

제11항에 있어서, 반응시간은 10초 내지 30분이고, 압력은 1/10기압 내지 10기압이며, 금속함유 입자는 철함유 입자이고, 기체상 탄소함유 화합물은 일산화탄소이며, 온도는 900℃ 내지 1150℃임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 48

제47항에 있어서, 반응시간은 10분이고 압력은 1기압이며 탄소함유 화합물은 일산화탄소이고 반응온도는 1000℃임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 49

제47항에 있어서, 반응시간은 1분 내지 5분이고 압력은 1기압이며 탄소

함유 화합물은 일산화탄소이고 반응온도는 1100℃임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 50

제47항에 있어서, 철함유 입자들이 화학적으로 적용 가능한 내화성 담체에 지지된 것임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 51

제50항에 있어서, 상기 내화성 담체가 알루미늄, 탄소 세섬유 및 탄소섬유로 구성된 그룹으로부터 선택된 것임을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 52

제11항에 있어서, 금속함유 입자들의 온도가 850℃ 내지 1800℃의 온도로 별도 가열되어 금속함유 입자들의 온도가 기체상 탄소함유 화합물의 입자보다 더 높게 처리됨을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 53

제52항에 있어서, 금속함유 입자들의 전자기선에 의하여 가열됨을 특징으로 하는 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 54

제10항에 기재된 방법에 따라 제조된 탄소 세섬유.

청구항 55

소정 압력하 850℃ 내지 1200℃의 온도에서 소정시간 동안 소정의 금속함유 입자들을 소정의 기체상 탄소함유 화합물과 함께 접촉시킴을 특징으로 하는 균일한 복수의 원주형 불연속 탄소 세섬유의 제조방법.

청구항 56

제55항에 기재된 방법에 따라 제조된, 균일한 복수의 탄소 세섬유.

청구항 57

제1항의 탄소 세섬유들 및 매트릭스로 구성된 합성물.

청구항 58

제57항에 있어서, 상기 매트릭스가 유기 중합체임을 특징으로 하는 합성물.

청구항 59

제57항에 있어서, 상기 매트릭스가 무기중합체임을 특징으로 하는 합성물.

청구항 60

제57항에 있어서, 상기 매트릭스가 금속임을 특징으로 하는 합성물.

청구항 61

매트릭스 내에 분산된 탄소 세섬유로 구성된 합성물.

청구항 62

제61항에 있어서, 매트릭스가 접착제임을 특징으로 하는 합성물.

청구항 63

제61항에 있어서, 매트릭스가 세라믹 물질임을 특징으로 하는 합성물.

청구항 64

제61항에 있어서, 분산 탄소 세섬유가 매트릭스 내에서 배향 배열된 것임을 특징으로 하는 합성물.

청구항 65

제11항의 방법에 따라 제조된 탄소 세섬유와 매트릭스로 구성된 합성물.

청구항 66

세섬유 내에 담지된 금속함유 입자들로 구성된 조성물.

청구항 67

다수의 탄소 세섬유들로 구성된 세섬유 매트.

청구항 68

매트릭스 및 상기 제67항의 탄소 세섬유 매트로 구성된 합성물.

청구항 69

탄소섬유 및 그 섬유 외면에 부착되는 다수의 탄소 세섬유들로 구성된 퍼리섬유.

청구항 70

탄소 플레이트 및 그 플레이트 외면에 부착되는 다수의 탄소 세섬유들로 구성된 퍼리 플레이트.

청구항 71

일차 탄소 세섬유 및 그 외면에 부착되는 다수의 기타 탄소 세섬유들로 구성된 조성물.

청구항 72

매트릭스 내의 분산물로서 탄소 세섬유를 산출함을 특징으로 하는 상기 제61항의 합성물의 제조방법.

청구항 73

세섬유 외면상에 금속함유 입자들을 분산시킴을 특징으로 하는 상기 제66항의 조성물의 제조방법.

청구항 74

세섬유 매트를 형성하도록 다수의 탄소 세섬유들을 얽히게 제조함을 특징으로 하는 상기 제67항의 탄소 세섬유 매트의 제조방법.

청구항 75

매트릭스와 함께 탄소 세섬유를 함침시킴을 특징으로 하는 제68항의 합성물의 제조방법.

청구항 76

탄소섬유 외면상에 다수의 금속함유 입자들을 분산시키고, 상기 섬유 외면에 고착되는 탄소 세섬유들을 산출하도록, 소정압력하에서 소정시간 동안 그 탄소섬유를 적합한 기체상 탄소함유 화합물과 접촉시킴을 특징으로 하는 상기 제69항의 퍼리섬유의 제조방법.

청구항 77

탄소플레이트 외면상에 다수의 금속함유 입자들을 분산시키고, 상기 플레이트 외면에 고착되는 탄소 세섬유들을 산출하도록, 소정 압력하에서 소정시간동안 그 플레이트를 적합한 기체상 탄소함유 화합물과 접촉시킴을 특징으로 하는 상기 제70항의 퍼리 플레이트의 제조방법.

청구항 78

매트릭스 내에 제1항의 탄소 세섬유들을 분산시킴을 특징으로 하는 상기 제65항의 합성물의 제조방법.

청구항 79

물질을 강화시키기에 효과적인 양의 상기 제1항에 따른 탄소 세섬유들을 물질내에 혼합시킴을 특징으로 하는 구조물의 강화방법.

청구항 80

물질의 전기전도성을 향상시키기에 효과적인 양의 상기 제1항에 따른 탄소 세섬유들을 물질내에 혼합시킴을 특징으로 하는 물질의 전기전도성을 향상시키는 방법.

청구항 81

물질의 열전도성을 향상시키기에 효과적인 양의 상기 제1항에 따른 탄소 세섬유들을 물질내에 혼합시킴을 특징으로 하는 물질의 열전도성을 향상시키는 방법.

청구항 82

상기 제1항에 따른 탄소 세섬유들을 전극 또는 캐패시터 판에 부착시킴을 특징으로 하는 전극 또는 전해질 캐패시터 판의 표면적을 증가시키는 방법.

청구항 83

상기 제1항에 따른 탄소 세섬유에 촉매를 부착시킴을 특징으로 하는 촉매의 담지방법.

청구항 84

제83항에 있어서, 상기 촉매가 전기화학적 촉매임을 특징으로 하는 방법.

청구항 85

전자기선 차폐에 효과적인 양의 상기 제1항에 따른 탄소 세섬유를 대상물에 혼합함을 특징으로 하는 목적대상물을 전자기선으로부터 차폐시키는 방법.

청구항 86

물질을 강화시키기에 효과적인 양의 상기 제67항에 따른 세섬유 매트를 물질 내에 혼합시킴을 특징으로 하는 구조물의 강화방법.

청구항 87

물질의 전기전도성을 향상시키기에 효과적인 양의 상기 제67항의 세섬유 매트를 물질내에 혼합시킴을 특징으로 하는 물질의 전기전도성을 향상시키는 방법.

청구항 88

물질의 열전도성을 향상시키기에 효과적인 양의 상기 제67항의 세섬유 매트를 물질내에 혼합시킴을 특징으로 하는 물질의 열전도성을 향상시키는 방법.

청구항 89

상기 제67항에 따른 세섬유 매트 하나 이상을 전극 또는 캐패시터 판에 부착시킴을 특징으로 하는 전극 또는 전해질 캐패시터 판의 표면적을 증가시키는 방법.

청구항 90

상기 제67항에 따른 세섬유 매트에 촉매를 부착시킴을 특징으로 하는 촉매의 담지방법.

청구항 91

제90항에 있어서, 상기 촉매가 전기화학적 촉매임을 특징으로 하는 방법.

청구항 92

전자기선 차폐에 효과적인 양의 상기 제67항에 따른 세섬유 매트를 대상물에 혼합시킴을 특징으로 하는 목적대상물을 전자기선으로부터 차폐시키는 방법.

청구항 93

물질을 강화시키기에 효과적인 양의 상기 제69항에 따른 퍼리 섬유를 물질내에 혼합시킴을 특징으로 하는 구조물의 강화방법.

청구항 94

물질의 전기전도성을 향상시키기에 효과적인 양의 상기 제69항에 따른 퍼리 섬유를 물질내에 혼합시킴을 특징으로 하는 물질의 전기전도성을 향상시키는 방법.

청구항 95

물질의 열전도성을 향상시키기에 효과적인 양의 상기 제69항에 따른 퍼리 섬유를 물질내에 혼합시킴을 특징으로 하는 물질의 열전도성을 향상시키는 방법.

청구항 96

상기 제69항에 따른 퍼리 섬유를 하나 이상 전극 또는 캐패시터 판에 부착시킴을 특징으로 하는 전극 또는 전해질 캐패시터 판의 표면적을 증가시키는 방법.

청구항 97

상기 제69항에 따른 퍼리 섬유에 촉매를 부착시킴을 특징으로 하는 촉매의 담지방법.

청구항 98

제97항에 있어서, 상기 촉매가 전기화학적 촉매임을 특징으로 하는 방법.

청구항 99

전자기선 차폐에 효과적인 양의 상기 제69항에 따른 퍼리 섬유를 대상물에 혼합시킴을 특징으로 하는 목적대상물을 전자기선으로부터 차폐시키는 방법.

청구항 100

물질을 강화시키기에 효과적인 양의 상기 제70항에 따른 퍼리 플레이트를 물질 내에 혼합시킴을 특징으로 하는 구조물의 강화방법.

청구항 101

물질의 전기전도성을 향상시키기에 효과적인 양의 상기 제70항에 따른 퍼리 플레이트를 물질내에 혼합시킴을 특징으로 하는 물질의 전기전도성을 향상시키는 방법.

청구항 102

물질의 열전도성을 향상시키기에 효과적인 양의 상기 제70항에 따른 퍼리 플레이트를 물질내에 혼합시킴을 특징으로 하는 물질의 열전도성을 향상시키는 방법.

청구항 103

상기 제70항에 따른 퍼리 플레이트를 하나 이상 전극 또는 캐패시터 판에 부착시킴을 특징으로 하는 전극 또는 전해질 캐패시터 판의 표면적을 증가시키는 방법.

청구항 104

상기 제70항에 따른 퍼리 플레이트에 촉매를 부착시킴을 특징으로 하는 촉매의 담지방법.

청구항 105

제104항에 있어서, 상기 촉매가 전기화학적 촉매임을 특징으로 하는 방법.

청구항 106

전자기선 차폐에 효과적인 양의 상기 제70항에 따른 퍼리 플레이트를 대상물에 혼합시킴을 특징으로 하는 목적대상물을 전자기선으로부터 차폐시키는 방법.

청구항 107

탄소 또는 탄소함유 화합물 내에 350℃ 이상의 온도에서도 용해되지 않고 남아있도록, 캡슐화되어진 다수의 불연속적 비용해 금속함유 촉매 입자들로 구성된 조성물.

청구항 108

제107항에 있어서, 입자들이 3.5나노미터 내지 70나노미터 범위의 직경을 갖는 철-, 코발트-, 또는 니켈- 함유 입자들임을 특징으로 하는 조성물.

청구항 109

제108항에 있어서, 입자들이 철함유 입자들임을 특징으로 하는 조성물.

청구항 110

제108항에 있어서, 금속함유 입자들이 금속 또는 금속 산화물 입자들로 열분해 되는 금속염으로부터 유도된 것임을 특징으로 하는 조성물.

청구항 111

제110항에 있어서, 상기 금속염이 옥살산철 임을 특징으로 하는 조성물.

청구항 112

제107항에 있어서, 상기 입자들이 화학적으로 적용 가능한 내화성 담체 내에 담지된 것임을 특징으로 하는 조성물.

청구항 113

제112항에 있어서, 상기 담체가 탄소, 탄소섬유 또는 탄소 세섬유임을 특징으로 하는 조성물.

청구항 114

제107항에 있어서, 상기 입자들이 유기 중합체내에 캡슐화되어진 것임을 특징으로 하는 조성물.

청구항 115

제114항에 있어서, 상기 유기 중합체가 폴리스티렌임을 특징으로 하는 조성물.

청구항 116

제114항에 있어서, 상기 유기 중합체가 전분임을 특징으로 하는 반응촉진 방법.

청구항 117

상기 제107항의 촉매조성물을 반응에 도입함을 특징으로 하는 반응촉진 방법.

청구항 118

금속함유 입자들을, 800℃ 이하의 온도에서 소정시간동안, 그들이 탄소함유 화합물 내에 캡슐화될 수 있도록, 탄소함유 화합물과 함께 처리함을 특징으로 하는 상기 제107항의 촉매입자들의 제조방법.

청구항 119

제118항에 있어서, 상기 금속함유 입자들이 철함유 입자들임을 특징으로 하는 방법.

청구항 120

제118항에 있어서, 상기 탄소함유 화합물이 일산화탄소(CO)임을 특징으로 하는 방법.

청구항 121

제118항에 있어서, 상기 탄소함유 화합물이 아세틸렌임을 특징으로 하는 방법.

청구항 122

제118항에 있어서, 처리시간은 1시간이고 온도는 200 내지 600℃이며, 금속함유 입자는 옥살산철이고 탄소함유 화합물은 아세틸렌임을 특징으로 하는 방법.

청구항 123

소정 압력하 850-1200℃의 온도에서 소정시간 동안, 상기 제111항에 따른 철함유 입자들을 적당한 탄소함유 화합물과 접촉시킴을 특징으로 하는 원주형 탄소 세섬유의 제조방법.

4. (주)하이페리온의 개요

※출처:www.smalltimes.com/document_display.cfm?document_id=%204622#hyperion

Company file: Hyperion Catalysis

Company

[Hyperion Catalysis International Inc.](#)

Headquarters

38 Smith Place
Cambridge, Mass. 02138

History

Founded in 1982 in order to commercialize carbon fibers. Howard Tennent, now a company consultant, originally discovered the process for growing the fibers.

Industry

Advanced materials

Small tech-related products and services

Hyperion key product is the Fibril, a catalytically grown multiwall carbon nanotube. Hyperion develops master batches of polymers and compounds containing the carbon nanotubes. These nanotubes, which greatly aid in electrostatic charge dissipation, are already used for the development of plastic compounds in the automotive industry (panels, casings, fuel lines) and electronics (electronic media storage, manufacturing tools).

- **Management**

- Dan McGahn: general manager
- Bob Hoch: director of technology
- Jim Leacock: VP of engineering and manufacturing
- Pat Collins: marketing director

- **Investment history**

- Hyperion was created using funding from an undisclosed individual.

- **Barriers to market**

- There is a natural reluctance within the materials industry to

incorporate what are perceived as new substances. Additionally, the successful dispersion of the carbon nanotubes within a particular material is a challenging process.

- **Competitors**

- [Carbon Nanotechnologies Inc.](#)
- [Mitsubishi](#)
- [Mitsui & Co. Ltd.](#)
- [Molecular Nanosystems](#)
- [NanoLab](#)
- [Nanoledge](#)
- [Rosseter Holdings Ltd.](#)
- [Showa Denko](#)

Goals

Hyperion continues to look for existing applications for its nanotube products.

What keeps them up at night

"We are a big fish in a new pond. If the economy changes, anything is possible," said Dan McGahn, general manager of business operations.

Contact

- URL: www.hyperioncatalysis.com
- Phone: 617-354-9678
- Fax: 617-354-9691
- E-mail: info@hyperioncatalysis.com

Selected relevant patents

[Carbon nanotubes in fuels](#)

[Method of making functionalized nanotubes](#)

Recent news

[Companies in hot pursuit of secret to mass-producing supermolecule](#)

END.