벤조퀴논과 반응한 나프탈렌 메조페이스 핏치의 탄화거동

김 용 암, 차 동 환, 양 갑 승.
전남대학교 섬유공학과

Mitsubishi Gas Co.와 Mochia 등[1]이 제조한 나프탈렌 메조페이스 핏치(연화점 237℃, Mn=1040)는 벤조퀴논과의 반응에 의해 비교적 저온에서 열경화성이 부여되어[2], 탄소/탄소 복합재료의 매트릭스로 이용되는 일반적인 핏치의 주요 문제점으로 지적되는 swelling이나 filtering effect를 해결해 줄 것으로 예상되며, 고밀도 탄소재료의 제조에 있어서도 벤조퀴논이 가교제로 작용하여 갑자기 분자량을 증가시킴으로 인해 탄화시 기포형성 억제가 가능할 것으로 보인다.

따라서, 본 연구에서는 나프탈렌 메조페이스 핏치와 벤조퀴논의 반응성 및 벤조퀴논이 도입된 나프탈렌 메조페이스 핏치의 탄화거동을 주로 보았다.

반응성을 관찰하기 위해 다양한 양의 벤조퀴논과 나프탈렌 메조페이스 핏치의 혼합물을 시차열분석기를 이용하여 10℃/min의 승온속도로 분석했는데 두 단계의 격렬한 발열반응(115℃, 158℃)이 일어남을 확인하였고(그림 1), 벤조퀴논의 양이 증가함에 따라 반응열이 증가하였으며, 특히 1차 반응피크의 반응열은 벤조퀴논 50% 부근에서 급증함을 보였고 2차 반응피크의 반응열은 벤조퀴논100% 이상에서 급증하였다(그림2). 그리고 반응온도에 따른 반응성을 알아 보기 위해 질소분위기하에서 벤조퀴논과 나프탈렌 메조페이스 핏치의 혼합물(1:0.5, 1:1)을 반응로에서 2℃/min로 115℃, 158℃까지 각각 승온하고 고정시간(10,30,60,120분)을 변화시켜 반응시키고 미반응된 벤조퀴논을 제거하기 위해 메탄올을 사용하였고 진공건조기에서 건조한 후 수율과 미반응된 벤조퀴논의 양을 계산하였다. 또, 벤조퀴논의 양을 변화시켜 2℃/min로 180℃까지 반응시킨 후 미반응된 벤조퀴논을 제거하고 건조한 후 수율과 미반응된 벤조퀴논의 양을 계산하였다(그림3)

그림4는 위와 같이 만든 생성물을 10℃/min로 400℃까지 열처리한 시료의 편광현미경사진으로 벤조퀴논의 양이 증가함에 따라 이방성의 domain이 작아짐을 보이고 있다. 그리고 열적안정성에 큰 기여를 하는 산소의 양을 알아보기 위해 원소분석을 하였고 과능기 분석을 위해 FT-IR을 이용하였다.

참고문헌

(1) I.Mochida and S.Fujiyama, Japanese Patent. Shouwa 63-146920(1988)
(2) K.S.Yang,K.W.Yang,Y.A.Kim,D.H.Cha,T.W.Son,S.H.Yoon,and I.Mochida, CARBON'94, 13-14.

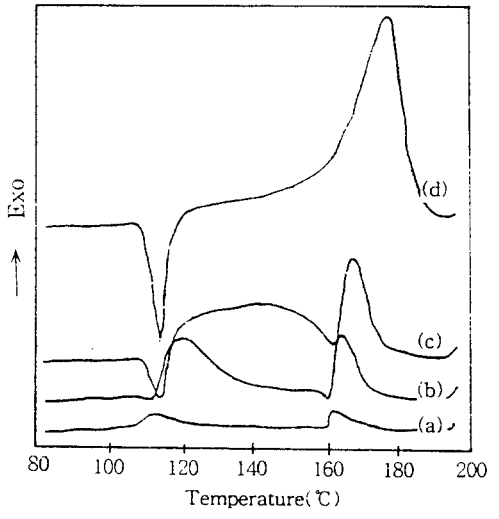

Fig.1. DSC thermal diagram of mixture of NMP/BQ. heating rate 10℃/min.
(a)NMP/BQ=100/10 (b)NMP/BQ=100/50
(c)NMP/BQ=100/100 (d)NMP/BQ=100/200.

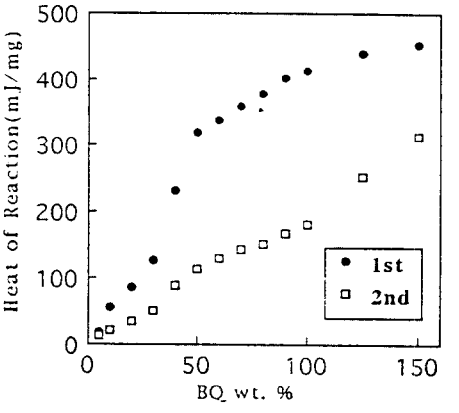

Fig.2 Heat of reaction vs. BQwt.%.
: ● the first peak
: □ the second peak.

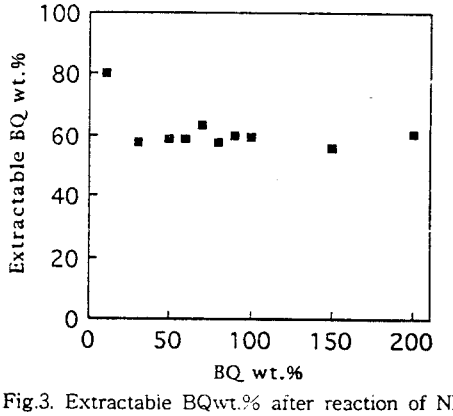

Fig.3. Extractable BQwt.% after reaction of NMP with BQ up to 180℃; heating rate, 2℃/min.

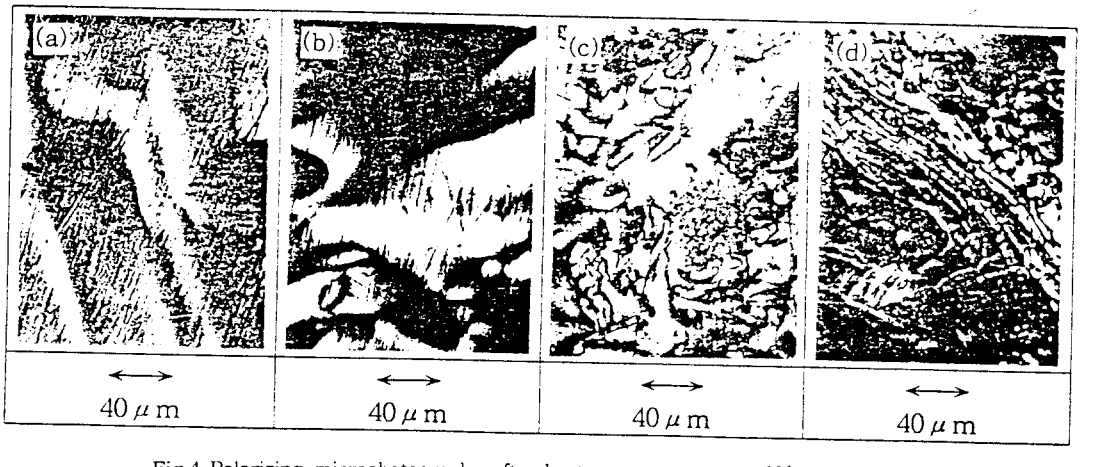

Fig.4 Polarizing microphotographs after heat treatment up to 400℃.
(a)NMP (b) NMP/BQ=100/30 (c)NMP/BQ=100/50 (d)NMP/BQ=100/150.