

10B11

안정화 조건 및 첨가제에 따른 메조페이스 핏치계 탄소섬유의 전기전도도 및 2차구조

이수현, 양갑승
전남대학교 섬유공학과

1. 서론

각종 전자기기에서 발생하는 전자파는 최근 들어 많은 연구가 진행되면서 그들이 지니고 있는 심각한 문제점들이 드러나면서 전자파 차폐가 여러 방면으로 연구되어왔다. 또한 전자파 차폐는 전자기 상품의 필수조건으로 강력하게 대두되어지고 있다.

전자파 차폐에 사용되는 재료로는 금속, 전도성 고분자, 전도성 섬유 등의 전도성이 우수한 재료가 사용되는데 이것은 차폐 효과 중에서 반사효과를 얻기 위해서이다. 최근 들어 차폐 성능과 생산성이 모두 우수한 새로운 전자파 차폐용 재료로 이용되고 있는 전도성 섬유로 탄소섬유가 있는데[1] 이 탄소섬유는 비중이 낮고 전도성이 매우 우수하기 때문에 전자파 차폐용으로 많이 응용되고 있다. 탄소섬유는 흑연구조가 발달할수록 전기전도성이 향상되어 진다. 이러한 흑연구조는 제조과정에서 결정되기에 제조과정을 제어하여 탄소섬유의 흑연구조를 제어하는 연구가 진행되고 있고 본 연구에서도 이 제조과정의 제어를 통한 흑연구조의 개선에 초점을 맞추었다[2,3]. 본 연구에서는 안정화 조건에 따라서 발생하는 탄소섬유의 2차구조와 전기전도도를 살펴보았다. 또한 자연계에서 가장 전도성이 우수한 물질인 은을 첨가하여 얻어진 탄소섬유의 전도도가 은을 첨가하지 않은 탄소섬유의 전도도와 어떤 차이를 나타내는가를 알아보았다.

2. 실험

미츠비시 가스화학회사에서 제공한 나프탈렌으로부터 유도된 메조페이스 핏치(NMP)를 출발물질로 하여 방사섬유를 얻었고 Table 1에서 보여지는 여러 안정화 조건에 따라 안정화를 시킨 후 각각 다른 온도에서 탄화시켜 탄소섬유를 얻었다. 또한 은을 첨가하여 프리커서를 제조한 후 같은 방법으로 탄소섬유를 얻어 비교분석을 하였다. 각각의 조건에서 얻어진 섬유의 미세구조는 주사전자현미경을 이용하여 관찰하였다[4,5,6]. 전기전도도 측정은 다음과 같이 실시하였다. Digital multimeter 2041(Kotronix, Japan)의 전압측정기와 Regulated DC power Supply 3387-11(Kotronix, Japan)의 전류발생기를 사용하여 4지 단자 저항 측정법으로 저항을 구하고 주사전자현미경을 이용하여 각 섬유의 지름과 단면적을 측정하여 비저항을 구하였다. 전기전도도는 얻어진 비저항의 역수를 취하여 계산하였다. 얻어진 탄소섬유의 미세구조는 주사전자현미경으로 관찰하였고 결정 파라메타는 X선 분석을 통하여 얻었다. 측정된 전기전도도와 미세구조를 안정화 그리고 열처리 조건과 연계하여 그 사이의 관계를 살펴보았고 또한 은의 첨가에 따라 미세구조나 전기전도도에 차이가 발생하였는지 살펴보았다.

Table 1. Conditions for oxidative stabilization

| 조건 구분 | Temperature (°C) | Holding time (hrs) | Rate of increasing temp. (°C/min) |
|----------|---------------------|-----------------------|--------------------------------------|
| 1 | 270 | 3 | 2 |
| 2 | 290 | 2 | 2 |
| 3 | 310 | 1.5 | 2 |

3. 결과 및 고찰

Fig. 1은 방사한 섬유를 서로 다른 조건에서 열처리하여 얻어진 섬유들의 전자주사현미경으로 살펴본 단면구조와 표면구조이다. 같은 조건에서 안정화와 탄화를 해서 얻어진 (a)와 (b)를 살펴보면 섬유의 굵기가 $24.74\mu\text{m}$ 로 $13.35\mu\text{m}$ 의 직경을 지닌 (b)보다 더 굵은 (a)에서 스킨/코어 구조가 나타난 것을 알 수 있다. 이처럼 스킨/코어 구조는 열처리 조건에 따라 발생하는 것이 아니고 섬유의 굵기에 따라 발생하는 것을 다른 단면구조에서도 확인할 수 있었다. 이것은 산화 안정화 과정에서 공기의 확산거리와 관련되어 나타난 구조로 추측된다 [7]. (c), (d), (e), (f)는 NMP에 AgBr을 합성한 프리커서로 방사한 섬유를 최종 탄화온도를 증가시키며 탄화시킨 탄소섬유의 표면구조이고 (g), (h), (i), (j)는 NMP에서 방사한 섬유를 290°C 에서 안정화 한 후 최종 탄화온도를 증가시키며 탄화시킨 탄소섬유의 표면구조이다. 구조를 살펴보면 최종탄화온도가 증가할수록 표면이 거칠어지는 것을 확인할 수 있었다. NMP에 AgBr을 합성하여 얻은 섬유에서 XRD상에 Ag에 관계되는 피크가 관찰되지 않고 터널과 같은 pore가 관찰되기 때문에 Ag가 섬유 밖으로 나오면서 생성된 것으로 보인다.(Fig.1(f)) 이처럼 표면이 거칠어지는 현상은 섬유내부에 남아있는 탄소이외의 원소(H, O 등)가 열처리에 따라 CH_4 , CO , CO_2 , H_2O 의 가스상태로 제거되어 수축되면서 나타나는 현상이다[8].

Table 2는 NMP에서 방사한 섬유를 열처리 조건을 달리하여 얻어진 여러 탄소섬유를 분석하여 얻어진 데이터이다. 탄화온도가 증가할수록 적층 높이가 증가하고 X선의 회절강도가 증가함을 알 수 있다. 이것은 탄화온도가 증가할수록 결정이 성장하는 것을 나타내 주는 것이다. 특히 1000°C 에서 탄화를 시킨 시료에서 X선의 회절강도가 급격하게 증가하는 것을 알 수 있다. 또 전기전도도도 열처리 온도의 증가에 따라 두 배에서 세 배까지 증가하는 것을 살펴볼 수 있다. 같은 탄화 온도에서 두 안정화 조건에 따른 섬유의 전기전도도를 살펴보면 290°C 에서 두 시간동안 안정화 한 섬유가 310°C 에서 안정화 한 섬유보다 전기전도도가 우수한 것으로부터 균일한 구조를 갖도록 제조하는 것이 전기전도도에 기여하는 것으로 생각된다.

결국 열처리 온도를 증가함에 따라 결정이 성장하고 전기전도도가 높아지는 것에서 알 수 있듯이 가장 전기전도도를 높게 하기 위해서는 $290^{\circ}\text{C}/2\text{hrs}$ 으로 안정화 조건을 잡고 탄화시킬 때의 열처리 온도를 더욱 높게 잡아주면 된다.

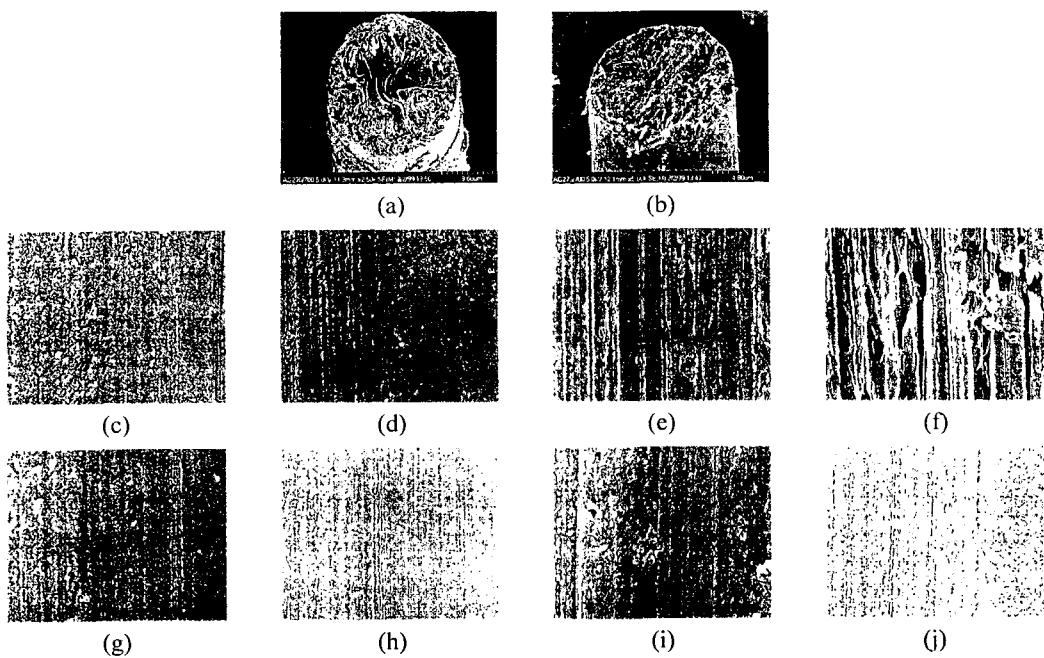


Fig. 1. SEM photographs of the carbon fibers

- (a) AgBr270/700 (b) AgBr270/700
- (c) AgBr270/700 (d) AgBr270/800 (e) AgBr270/900 (f) AgBr270/1000
- (g) NMP290/700 (h) NMP290/800 (i) NMP290/900 (j) NMP290/1000

Table 2. Some physical properties of carbon fibers formed from NMP

| 열처리조건 | | interlayer spacing (Å) | stacking height (Å) | peak intensity (CPS) | 전기전도도 ($\times 10^2$ S) |
|-------|------|------------------------------|---------------------------|-------------------------|-----------------------------|
| 안정화온도 | 탄화온도 | | | | |
| 290 | 700 | 3.5174 | 15.05 | 530.2 | 5.46 |
| | 800 | 3.5243 | 17.00 | 580.4 | 7.71 |
| | 900 | 3.4702 | 19.20 | 689.3 | 8.99 |
| | 1000 | 3.5312 | 23.46 | 3140.7 | 10.15 |
| 310 | 700 | 3.4308 | 14.34 | 553.5 | 3.67 |
| | 800 | 3.4504 | 15.76 | 519.2 | 6.91 |
| | 900 | 3.4636 | 19.44 | 633.1 | 8.76 |
| | 1000 | 3.4570 | 22.66 | 1355 | 10.08 |

4. 참고문헌

- 1) 윤문수 등, “전도성 고분자 전기재료의 개발연구”, 과학기술처 연구보고서, 한국 전기연구소, 1987년 5월
- 2) Y. Korai and I. Mochida, *Carbon*, **30**, 1819(1992)
- 3) S. H. Yoon, Y. Korai, I. Mochida, and I. Kato, *Carbon*, **32**, 273(1994)
- 4) 양갑승, 김용중, Unpublished data
- 5) Fluorine-Carbon and Fluoride-Carbon Compounds, T. Nakajima and N. Watanabe, CRC Press Inc., Boca Raton, FC(1991)
- 6) 정용보, 연구논문 초록, 1998년도 한국공업화학회 춘계 학회, 조선대학교, 광주, 1998년 5월, P.54
- 7) Yong-Gen Lü, Dong Wu, Qing-Fang Zha, Lang Liü and Chang-Ling Yang *Carbon*, **36**, 1719(1998)
- 8) S. P. Jones, C. C. Fain and D. D. Edie, *Carbon*, **35**, 1533(1997)