

화학적으로 개질된 콜 타르 핏치로부터 마이크로 비드의 제조

김 찬, 양갑승

전남대학교 공과대학 섬유공학과

1. 서론

콜 타르 핏치, 석유계 증질유 등의 저온탄화(350~500℃)시 생성되는 메조카본 마이크로 비드(meso-carbon micro bead, MCMB)는 고온 원자로용 흑연재, 크래마토 그래피용 충전재, 방전가공용 전극, 활성탄, 고밀도 탄소재료 등으로 광범위하게 이용되고 있으며, 최근에는 Li 2차 전지용 부극재료로 사용되는 기술상 중요한 재료이다. 그러나 제조상의 난이점과 낮은 수율(10 wt.%이하) 등이 가격상승의 주된 원인이 되고 있다. 본 연구에서는 분자량 분포가 서로 다른 두 물질의 점도차를 이용해 저온탄화시 점도가 큰 물질을 분산상으로 유도해 MCMB의 수율 향상에 목적을 두었다. 실험에 사용된 재료는 tetrahydrofuran(THF) 가용 콜 타르 핏치를 파라벤조퀴논과 반응시켜 분자량을 향상시킨 것과 THF 가용 핏치를 각 함량별로 혼합한 후 열처리하여 MCMB를 제조하였다. 이때 생성되는 MCMB의 수율과 광학적인 방법으로 측정된 이방성 소구체와의 관계를 조사하고 각종 물성을 측정하였다.

2. 실험

실험에 사용된 콜 타르 핏치의 특징을 Table 1에 나타내었다. THF 가용분과 파라벤조퀴논과의 반응은 질소분위기하에서 150℃와 250℃에서 각 1시간 반응시켰다. 파라벤조퀴논과 반응된 핏치와 THF 가용분과의 반응은 질소 분위기하에서 420℃에서 각 시간별로 열처리하였으며, 광학적 이방성 소구체의 확인은 편광현미경으로 관찰하였다. 비드의 수율 측정은 피리딘으로 속실렛 장치를 이용하여 추출, 측정하였으며 추출된 비드는 주사전자현미경으로 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

Table 2에는 열처리조건에 따른 핏치의 pyridine insoluble(PI) 함량을 나타내었다. 파라벤조퀴논과 반응시킨 핏치의 양과 반응시간이 증가할 수록 PI 함량이 증가된 것으로 보아 열처리에 의해 분자량이 증가된 것으로 생각된다. Fig. 1의 (a)에서는 파라벤조퀴논과 반응된 핏치와 THF가용분 핏치를 5/5 wt.%로 420℃에서 30분간 반응시킨 것으로 광학적으로는 등방성 상을 나타냈으나 피리딘 불용분의 주사전자현미경 사진 분석 결과 비드가 생성된 것으로 보아 파라벤조퀴논과 반응된 핏치의 점도가 THF 가용분 핏치의 점도보다 커서 분산상을 나타내는 것으로 생각되며, (b)에서는 1시간 반응시킨 것으로 편광현미경 관찰 결과 이방성 상이 생성되었음을 보이며, 피리딘 불용분의 주사전자현미경 사진 분석 결과 표면이 매끄러운 소구체가 생성된 것을 확인하였다.

Table 1. Properties of precursor pitches.

Properties Pitches	Solubility (wt.%)			C/H ratio	S.P (°C)	Anisotropy content(vol.%)
	BS	BI	QI			
Raw	63.5	36.5	9.9	1.85	110	0
THF soluble	83.6	16.4	0	1.53	85	0

BS : Benzene soluble,

BI : Benzene insoluble

QI : Quinoline insoluble,

S.P : Softening point

Table 2. Effects of heat treatment time on yield and PI at 420°C.

Raw pitches	soaking time, (min)	residue yield, (wt.%)	pyridine insoluble, (wt.%)
CB/CP=3/7	30	44	9.38
	60	43	15.49
	90	40	16.89
	120	39	17.24
CB/CP=5/5	30	58	12.5
	60	49	20.29
	90	44	26.17
	120	42	28
CB/CP=7/3	30	58	23.2
	60	51	25.7
	90	50	27.7
	120	49	30

CB : Coal tar pitch reacted with *p*-benzoquinone, CP : THF soluble pitch.

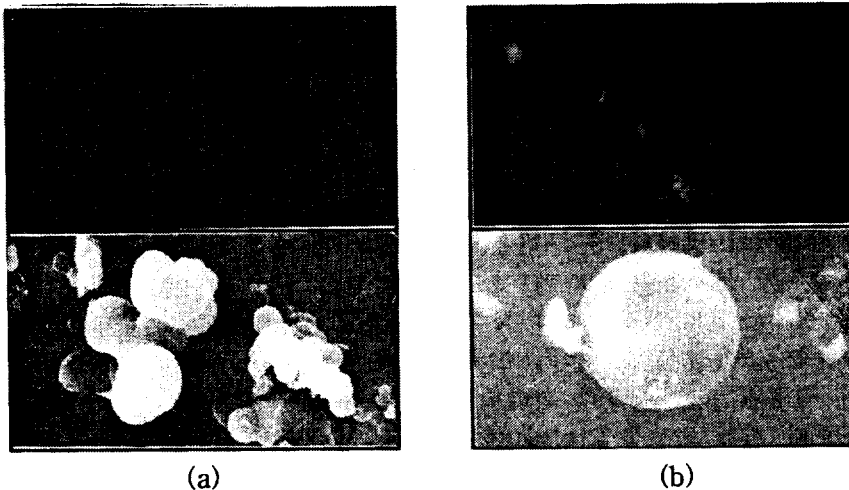


Fig. 1. Polarized light and SEM photographs of the samples of composition with 5/5(CB/CP) at 420°C for 30min (a) and for 60min (b).