

TEM을 이용한 활성화 탄소섬유의 미세 기공 관찰

Micropore observation of activated carbon fiber by using TEM

노재승, 서동수*

금오공과대학교 신소재시스템공학부 재료·금속전공

* 충남대학교 공과대학 재료공학과

1. 서 론

탄소재료는 500℃ 이상의 대기 중에서 급격히 산화되어 탄소 본래의 성질을 저하시키지만 탄소재료의 종류 및 산화분위기 제어에 의하여 비 표면적이 지금까지의 다른 재료와는 비교할 수 없이 큰 활성화탄소섬유를 얻을 수 있다. 활성화탄소섬유의 비 표면적은 보통 1,000 m²/g 이상을 가지며, 3,000m²/g 이상인 것도 보고되고 있다. 이렇게 활성화탄소섬유의 비 표면적이 큰 이유는 섬유 내부에 평균 20Å이하의 대부분 미세 기공이 존재하기 때문이다. 따라서 활성화탄소섬유의 기공크기 및 분포 측정은 중요하지만 기공의 크기가 너무 작으므로 실제적으로 어려움이 많다. 대부분의 연구자들은 BET 장치와 같은 가스 흡착장치를 이용하여 기공의 크기 및 분포를 신뢰성 있게 계산하지만 기공발달과정을 직접 확인하는 것은 TEM이나 STM같은 고분해능의 전자현미경을 이용해야 한다. 하지만 이러한 방법도 전공자가 아니면 쉽지 않기 때문에 대부분은 외국자료를 이용하는 실정이다. 따라서 본 연구에서는 제조된 활성화탄소섬유의 미세 기공 분포 및 비 표면적을 기체 흡착법으로 측정하였으며, TEM을 이용하여 산화 반응 중에 일어나는 기공 발달과정을 직접 확인하고자 하였다.

2. 실험방법

TEM(JEOL, JEM2000EX) 관찰을 위한 시편준비는 일반적인 섬유시편제조법을 이용하였다. 섬유를 한쪽 방향으로 잘 배열시킨 후 에폭시수지로 함침시켰다. 에폭시수지가 경화되면 nanotom(ULTRA, MT-7000)장치에서 다이아몬드 칼로 70~80nm의 두께로 절단하였다. 이 때 절단속도는 25~28mm/sec였다. 절단된 섬유시편을 Cu-grid 위에 올려놓고 200kV($\lambda=0.0251\text{Å}$)의 가속전압으로 BF와 SAED, 그리고 격자영상을 관찰하였다.

3. 결 론

TEM의 BF 분석으로부터 미소영역의 형태(lamellar, 기공 등)를 관찰할 수 있었으며, SAED 패턴에서 002 회절선의 형태로부터 BSU의 배향성을 알 수 있었다. 또한 SAED 패턴은 XRD와 분명한 연관성이 있는 것으로 나타났다. 002 회절선이 대칭의 완전한 원으로 나타나면 섬유는 무질서한 작은 결정립으로 이루어져 있는 것이고, 미세결정립의 배향성이 높아져 그 크기가 커질 수록 002 회절선의 원은 점으로 된 회절 패턴을 나타냈다. 또한 SAED 회절패턴에서 112 회절선이 존재하는 것은 흑연격자의 A-B 적층을 나타내는 좋은 증거라고 판단되었다.

000투과빔과 002면의 회절빔을 동시에 이용하여 002면에 대한 격자영상을 얻을 수 있었으며 흑연화도가 높은 탄소섬유는 002면의 격자영상은 분명한 격자선으로 보이기 때문에 유용하였다. 흑연 미세 결정립이 작고 배향도가 좋지 않으면 002 격자층이 분명한 선으로 보이지 않고 넓게 퍼져 있어 회미하게 보였다.