

XRD를 이용한 고강성 탄소섬유의 이산화탄소 산화 중에 발생하는
구조변화 해석

(Microstructural Evaluation of CO₂ Oxidation Process of High Modulus Carbon Fibers by XRD Analysis)

금오공과대학교 노재승

고강성 탄소섬유는 높은 비강도 및 고 강성 특성 때문에 탄소-탄소 복합재료의 가장 우수한 강화재로 각광을 받고 있다. 이 섬유는 미세 결정립의 높은 이방성을 나타내며, 이러한 높은 흑연화 특성은 기계적, 전기적, 전기적 그리고 화학적 특성 등을 좋게 한다. 이러한 모든 방면에서의 우수한 특성 때문에 항공우주 재료분야에 의심 없이 가장 우수한 재료로 고려되고 있다. 이렇게 가벼우면서 고온강도가 요구되는 재료로써 탄소재료가 이용되면서 rocket의 nozzle이나 nosecone으로의 응용에는 고온 산화가 중요한 연구주제로 대두되어 왔다. 탄소재료의 산화반응은 결정구조 인자 및 그 배열에 가장 큰 영향을 받는다고 알려져 있는데, 출발원료 및 제조 조건에 따라 그 구조 및 배열이 현격하게 달라진다.

탄소재료의 구조 해석은 주로 TEM과 XRD를 이용해 왔다. 많은 연구자들은 오래 전부터 탄소재료 연구에 TEM에서 얻은 상이 불확실하고 문제가 있다고 보고하였고, 최근 TEM 장치의 발달과 더불어 실제 구조를 얻기가 가능함을 보여주고 있다. 그러나 TEM 시편은 여전히 작고 시편으로부터 얻는 정보는 불과 nm 수준이다. 따라서 일반적으로 TEM으로 얻은 정량적인 정보는 불과 특정한 점에서의 정보이기 때문에 여전히 논란의 소지가 많다. XRD는 탄소재료의 미세구조 해석을 위하여 가장 널리 이용되는 분석기기이다.

이 연구에서는 기상산화반응 중에 발생하는 고강성 탄소섬유의 구조변화를 XRD를 이용하여 분석해 보고자 하였다. 산화반응기체로는 CO₂를 이용하였으며, 900-1100°C의 온도범위에서 등온 산화시킨 후 산화된 각각의 섬유에 대하여 연속주사에 의한 XRD 회절피크를 얻었다. XRD 피크 위치로부터 층간거리 d 를 구하였으며, Scherrer식을 이용하여 결정립 크기 La 및 결정립 직경 Lc 를 구하였다.

XRD 분석결과 002 및 100 면의 층간거리는 burn-off가 증가하여도 거의 변화가 없었으며, La 의 변화가 Lc 변화보다 크게 나타났다. 이 결과로 보아 고강성 탄소섬유의 산화반응은 비결정질 영역에서 시작하고, 흑연 결정립의 모서리 부분에서 더 활발함을 알 수 있었으며, burn-off가 큰 영역에서 큰 결정립에 비하여 작은 결정립이 우선 산화됨을 알 수 있었다.