

## 전기방사에 의한 피치계 탄소섬유 웹의 제조

박상희, 김찬, 양갑승

전남대학교 응용화학부

### Preparation of Pitch-Based Carbon fiber Web by Electrospinning

Sang-Hee Park, Chan Kim and Kap-Seung Yang

Faculty of Applied Chemistry, Chonnam National University, Gwangju, Korea

#### 1. 서 론

전기방사는 submicron 이하 크기의 섬유를 부직포형태인 3차원으로 적층된 웹상으로 얻을 수 있는 방법으로 최근 많은 연구가 되고 있다[1-3]. 전통적인 방사방법인 용융방사와 melt blown 방사 방법으로 제조되는 피치계 탄소섬유는 우수한 방사성을 갖는 프리커서 피치를 이용해야 하고 이러한 방법으로 제조되는 탄소섬유나 활성탄소 섬유는 주로 직경 10-15  $\mu\text{m}$  내외의 것이 대부분이어서 상대적으로 직경이 크기 때문에 굽힘 강도가 낮아 압축가공이 취약하다. 한편, 프리커서 피치를 전기방사하면 극세사의 섬유를 얻을 수 있어 전통적인 방사방법으로 제조되는 탄소섬유의 단점을 극복할 수 있을 뿐만 아니라 낮은 방사성을 갖는 피치를 이용할 수 있기 때문에 피치선택의 폭이 넓어진다. 프리커서 피치를 정전방사 하려면 피치를 용융 또는 용액상태로 제조하여야 한다. 용융상태로 제조하려면 고온에서 전기장을 걸어야하기 때문에 장치 설비의 문제점이 따른다. 반면, 용액상태로 제조하면 장치설비가 간단해지나 피치는 고분자와는 달리 분자량 분포가 크고 구성 성분들이 불균일 하기 때문에 용매선택의 어려움이 있다. Chun 등[4]은 mesophase 피치를 용융상태로 전기방사하여 평균 535 nm 섬유를 갖는 피치계 탄소섬유를 제조하였다고 보고하였다.

본 연구에서는 석유계 등방성 피치를 tetrahydrofuran (THF) 용액에 용해하여 용액상태로 고전압을 가하여 피치섬유 웹을 제조하고 이것을 안정화 및 탄화하여 탄소섬유 웹을 제조하고 분석한 결과에 대해서 고찰한 것이다.

#### 2. 실험

##### 2.1. 방사용액 제조

등방성 프리커서 피치(Hanwha Co.)를 용매 dimethylformamide (DMF)에 용해 여과한 후, DMF 불용분 피치를 용매 THF에 중량비로 30-45 wt% 조절하여 하여 상온에서 방사용액을 제조하였다.

##### 2.2. 전기방사

방사용액을 주사기에 넣고 주사바늘에 양극(+)을, 집속 롤러에는 음극(-)을 접지 시켰으며, 방사용액은 syringe pump로 조절하였다. 방사구와 집속장치의 거리는 10 cm, 전압은 18 kV로 조절하여 정전 방사된 피치섬유 웹을 얻었다.

##### 2.2. 탄소화

정전방사된 피치섬유를 산화 안정화 후, 불활성 분위기에서 700  $^{\circ}\text{C}$ , 1000  $^{\circ}\text{C}$ , 1200  $^{\circ}\text{C}$ 에서 각각 1시간 탄소화하여 탄소섬유 웹을 얻었다. 각각의 온도에서 탄소화 수율은 다음 식에 의해서 계산하였다.

$$\text{Carbonization yield} = \frac{\text{wt.\% of stabilized fiber} - \text{wt.\% of carbonized fiber}}{\text{wt.\% of stabilized fiber}} \times 100(\%)$$

## 2.2. 분석

농도에 따라 정전방사된 섬유 웹의 형태는 전자현미경을 사용하여 분석하였으며, 정전방사, 산화안정화 및 탄소화된 시료의 모폴로지 분석은 SEM을 사용하여 분석하였다. 탄소섬유 웹의 전기전도도 측정은 4단자법을 이용하였다.

## 3. 결과 및 고찰

Table 1은 본 실험에서 사용한 피치의 특성을 나타낸 것이다. Table에서와 같이 큰 분자량을 갖는 PI 성분이 거의 없어 피치전체가 THF에 용해된다.

Fig. 1은 40 wt% 피치용액을 정전방사 한 후 1000 °C에서 탄소화 한 섬유의 SEM 사진들이다. (a)에서 보는 바와 같이 섬유경 1-5  $\mu\text{m}$ 의 섬유들이 무질서하게 적층되어 있는 웹 상태로 존재하며, (b)에서와 같이 섬유는 원형이 아닌 장축 4-6  $\mu\text{m}$ , 단축 2-3  $\mu\text{m}$ 의 tape 같은 모양을 하고 있다. (c)는 섬유의 단면을 나타낸 것으로 cocoon 모양을 하고 있다.

Fig. 2는 방사섬유 웹의 열처리에 따른 수율을 나타낸 것이다. 안정화시에는 산소의 도입으로 4.7% 증가하다 이후 열처리가 진행되면서 탄소이외의 이종원소의 제외 방출로 수율이 급격히 감소하다 700 °C이 후 탄소화의 진행으로 서서히 감소하며 1000 °C에서 약 60%의 수율을 나타내고 있다.

Fig. 3은 탄소화 온도 700 °C부터 1200 °C까지 처리한 탄화 섬유 웹의 벌크 전기전도성을 나타낸 것이다. 그림에서와 같이 탄소화 온도의 증가와 함께 탄소섬유 웹의 전기 전도성은 거의 직선적으로 증가함을 알 수 있다.

Table 1. Some characteristics of the precursor pitch.

Softening point*(°C)	Mw**	Solubility***(%)			
		HI	TS	TI-PS	PI
292	2400	96.5	65.7	34.3	0

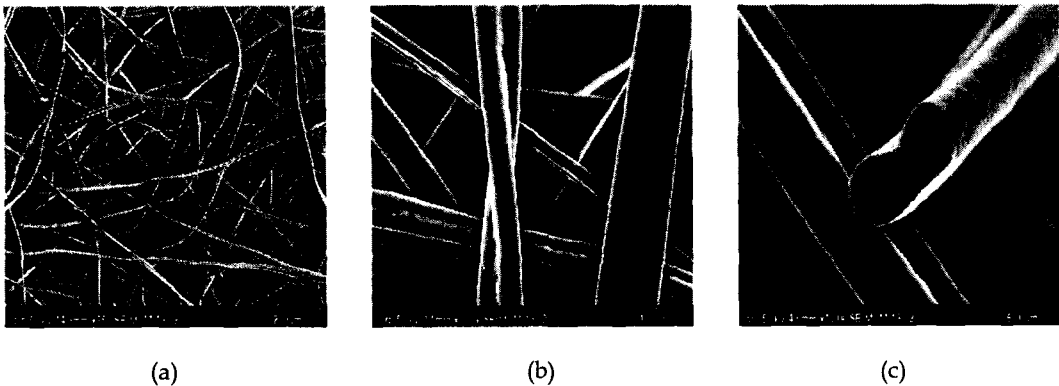


Fig. 1. SEM microphotographs of carbon fiber; (a) carbon fiber web; (b) the longitudinal surface of carbon fiber; (c) the cross-section of carbon fiber.

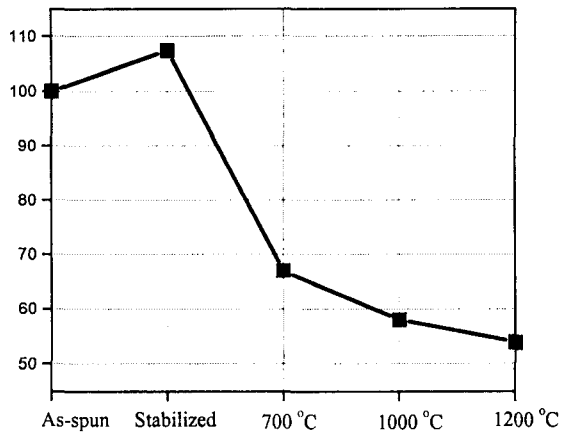


Fig. 2. Yield of pitch fiber web on heat treatments.

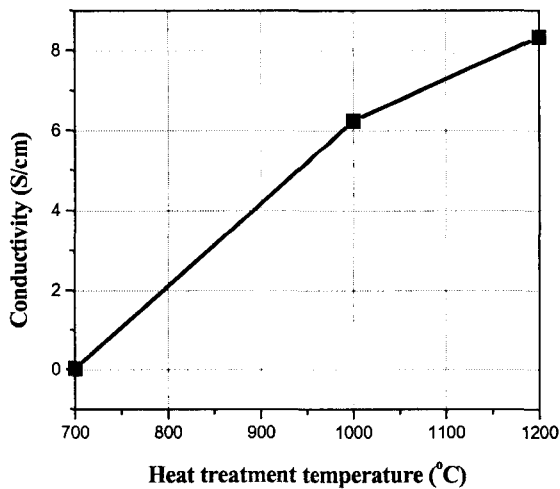


Fig. 3. Conductivity versus carbonization temperature of the electrospun pitch fiber web.

#### 4. 참고문헌

1. R. Jaeger, M. Bergshoef, C. Batte, H. Schonherr, J. Vansco, "Electrospinning of Ultr-Thin Polymer fibers" , *Macromolecular Symposium*, 127, pp. 141-150(1998).
2. X. Fang, D. H. Reneker, "Electrospinning Process and Application of Electrospun Fibers" , *Journal of Electrostatics*, 35, pp. 151-157(1995).
3. H. Fong, I. Chun, D. H. Reneker, "Beaded Nanofibers Formed during Electrospinning" , *Polymer*, 40, pp. 4585-4592(1999).
4. I. S. Chun, D. H. Reneker, H. Fong, X. Fang, J. Deitzel, N. B. Tan, K. Kearns, "Carbon Nano Fibers from Polyacrylonitrile and Mesophase Pitch" , *J. of Advanced Materials*, 31, pp. 36-41(1999).