

활성화 온도에 의한 PAN계 활성탄소섬유/페놀수지 복합재료의 표면 및 흡착특성

박수진[†] · 김기동 · 이재락
한국화학연구소 화학소재연구부
(1999년 9월 4일 접수)

Influence of Activation Temperature on Surface and Adsorption Properties of PAN-based Activated Carbon Fibers/Phenolic Resin Matrix Composites

Soo-Jin Park[†], Ki-Dong Kim, and Jae-Rock Lee

Advanced Materials Division, Korea Research Institute of Chemical Technology,

P.O. Box 107, Yusong, Taejeon 305-600, Korea

[†]e-mail : psjin@pado.kRICT.re.kr

(Received September 4, 1999)

요약: 산화처리 된 평직형태의 탄소섬유와 resole 형태의 페놀수지를 7 : 3 중량비로 혼합하여 성형공정에 따라 탄소섬유/페놀수지 복합재료를 제조하였으며, 이를 다시 불활성 분위기에서의 탄화(1000 °C) 및 CO₂ 분위기에서 활성화(700, 800, 900 및 1000 °C)시켜 PAN계 활성탄소섬유/페놀수지 복합재료를 제조하였다. 본 연구에서는, 이렇게 제조된 복합재료에 활성화 온도가 미치는 영향을 중화 적정법에 따른 pH, 표면 산도 및 표면 염기도 등의 표면성질과 BET 방법에 따른 비표면적, 기공구조 등의 흡착특성을 측정하여 고찰하였다. 또한, ASTM에 따라 시편에 걸리는 압력손실을 측정하였다. 결과적으로, 활성화 온도는 그 표면 성질의 변화에 영향을 주어, 900 °C 이상의 온도에서 시료의 표면은 점차 염기성이 커지는 것을 확인할 수 있었다. 또한, 비표면적, 총 기공 부피 및 기공 크기 분포도 등의 발달은 활성화 온도의 증가에 따라 점차 증가함을 쉽게 확인할 수 있으며, 그 중 활성화 온도가 900 °C인 경우 가장 발달한 것으로 나타났다. 마찬가지로, 활성화 온도의 증가에 따라 시편 양 단면에 걸리는 압력손실은 점차 감소하였으며, 이것은 열처리 온도에 의한 활성탄소섬유 복합재료의 질량손실에 의한 것으로 사료된다.

ABSTRACT: PAN-based activated carbon fibers/phenolic resin matrix composites (ACFCs) were manufactured via molding process with oxidized carbon fabrics (plain-type) and phenolic resin (resole-type) compounded by 70 : 30 wt%. The green body (as molded) was submitted to carbonization (at 1000 °C) in an inert environment and activation (at 700, 800, 900 and 1000 °C) in a CO₂ environment. In this work, the influence of activation temperatures was investigated in surface properties, such as pH, acid- and base-values by titration method, and in adsorption properties, i.e., specific surface area and pore structures by BET-method of the composites. Also, the pressure drops of the specimens were calibrated by ASTM. As a result, the activation temperature influenced the surface property of ACFCs. When the activation temperature was higher than 900 °C, the surface was gradually developed in basic nature. And, the evolutions of specific surface area, total pore volume and pore size distribution of ACFCs could be easily confirmed the dependence on the activation temperature. Among them, well-developed pore structure from adsorption characteristics was changed of the ACFCs activated at 900 °C. Also, the pressure drop was slightly decreased with increasing the temperature due to increasing the burn-off with heat treatment temperature of ACFCs.

Keywords: activated carbon fiber composites, activation temperature, surface properties, adsorption properties, pressure drop.

서 론

고강도 소재로서 고분자 복합재료는 산업기술의 발달과 함께 제조 공정의 단순화 및 신규 소재 창출 등에 따라 다양한 분야에서 그 수요가 점차 증가하고 있는 추세이다. 이러한 고분자 복합재료는 높은 탄성률, 우수한 마찰 및 마모 저항성, 낮은 열 팽창성 및 높은 열·전기 전도도 등의 특성을 갖는 탄소섬유가 주로 강화제로 사용되며, 열 안정성 및 탄소 수율 등이 높은 고분자 매트릭스를 결합제로 하여 고내열성, 고강도, 초경량화된 고성능 고분자 복합재료를 이룬다.¹⁻³ 이러한 고분자 복합재료의 개발 및 응용은 기존의 항공기 및 산업 구조용 재료의 개발 뿐만 아니라, 최근 환경오염에 대한 관심이 집중되면서 액상 및 기상의 오염원에 대한 제거와 그에 맞는 흡착소재로서 활성탄소섬유 복합재료 필터의 개발로 확대되고 있다.^{4,5}

일반적으로 탄소계 흡착소재로서 활성탄소섬유에 의한 흡착성능은 활성화 공정에 의한 기공구조의 발달에 따른 흡착 비표면적에 의해 결정되며, 특히, 활성탄소섬유의 경우 그 표면에 발달하는 기공은 대체로 20 Å 이하의 미세기공 구조로 이루어져 있어, 같은 흡착소재로서 활성탄소에 비해 그 흡착 비표면적 및 흡착속도가 매우 우수함을 알 수 있다. 또한, 활성탄소섬유는 그 형태가 섬유상으로 응용범위가 넓으며, 그 제조 방법과 조건에 따른 다양한 물리, 화학적 재생 공정에 의해 재활용이 가능하다.⁶⁻⁸ 특히, 흡착성능의 기준이 되는 비표면적의 발달은 적절한 재료의 선택과 활성화 조건에 의해 결정되며, 이러한 활성화 공정은 수증기, 이산화탄소 및 산화성 기체 분위기에서 약 800~1000 °C의 고온에서 처리하는 열적 활성화법과^{9,10} 인산, 황산 및 질산 등의 산성용액에 침착 처리한 후 산소기체의 유입 없이 상대적으로 저온인 400~600 °C의 온도에서 열분해에 의한 화학적 활성화법으로¹¹⁻¹³ 크게 분류된다.

활성화 공정 동안 고온에서의 탄소섬유 표면의 말단 탄소성분과 산화성 기체(즉, 열적 활성화법에 따른) 또는 섬유 표면에 침착 처리된 잔류용액(즉, 화학적 활성화법에 따른)과의 반응에 의한 기화(gasification)에 의해 기공구조가 발달하며, 특히 활성탄소섬유의 경우 발달하는 기공의 크기가 거의 균일하

고 대부분 미세기공으로 이루어져 있으며, 내부 기공이 모두 외부 표면으로 직접 연결되어 그 흡착량이 매우 우수하며 또한 흡착 속도가 대단히 빠르다. 이러한 미세기공 구조를 갖는 흡착제에 의한 흡착은 표면에 발달된 미세기공 채움 현상(theory of volume filling on micropores)으로서¹⁴ 그 흡착량은 흡착제 내부의 미세기공의 모양과 부피에 의존한다고 알려져 있다. 최근 이러한 기공구조의 발달과 기하학적 형태에 의한 흡착 성능의 변화에 대하여 많은 연구가 활발히 이루어지고 있는 실정이다.^{15,16}

또한, 활성화 온도에 의해 방향족성 평판 구조를 갖는 활성탄소섬유 표면의 말단 탄소원자가 활성화되어 산소, 수소 또는 황과 같은 다른 원자들과 반응하여 여러 가지 표면 관능기를 형성하게 된다. 이러한 표면 관능기에 의한 표면 성질은 그 흡착 성능에도 많은 영향을 주어 극성을 띠는 유·무기 흡착질에 대하여 선택적으로 우수한 흡착 특성을 보여줄 수 있다.¹⁷⁻²⁰ 그러나, 이러한 표면 관능기의 생성 메커니즘은 아직 정확히 규명되지 않고 있는 가운데, 최근 900 °C 이상의 고온 활성화의 경우 전이상태의 불안정한 말단 탄소원자는 표면에서의 전자쌍 주기에 의한 자기 편제화에 따라 안정화되어 그 표면이 염기성을 나타낸다는 연구결과가 발표되고 있다.^{21,22}

따라서, 본 연구에서는 고분자 복합재료의 제조공정에 따른 탄소섬유와 페놀수지를 결합제로 한 활성탄소섬유 복합재료를 제조하였으며, 활성화 온도의 변화에 따른 표면구조의 변화를 통해 기공구조의 발달과 흡착성능을 측정함과 동시에 활성화 온도의 증가가 표면성질의 변화에 미치는 영향을 실험을 통해 알아보려고 하였다.

실 험

활성탄소섬유 복합재료의 제조. 활성탄소섬유 복합재료의 제조를 위한 강화제로서 국내 태광산업(주)에서 생산된 산화 처리된 polyacrylonitrile (PAN)계 탄소섬유와 결합제로서 강남화성(주)에서 생산된 약 70%의 고흡성분과 약 41~45%의 탄소 수율을 갖는 레졸계(CB-8057) 페놀수지를 무게비 7:3으로 혼합하여 성형하였다. 이렇게 제조된 탄소-탄소섬유 복합재료 초벌체(green body)를 Figure 1의 경

활성화 온도에 의한 PAN계 활성탄소섬유/페놀수지 복합재료의 표면 및 흡착특성

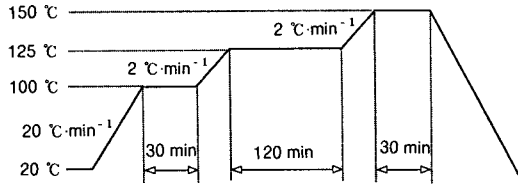


Figure 1. Curing process of activated carbon fiber composites.

화과정을 거친 후, 탄소 함량을 높이기 위해 먼저 1100 °C, 질소 분위기에서 약 2시간 동안 전기로에서 탄화시킨 후 완전히 건조하였다. 탄화된 탄소섬유 복합재료를 700, 800, 900 및 1000 °C의 온도로, CO₂ 기체를 활성화 기체로 하여 70 cm³·min⁻¹의 유입 속도로 일정하게 흘려주었으며, 이때 승온 속도는 5 °C·min⁻¹으로 각각 2시간 동안 활성화시켰다. 이렇게 제조된 각각의 활성탄소섬유 복합재료를 증류수로 2~3차례 세척한 후 완전히 건조시켜 실험에 사용하였으며, 활성화 온도에 따라 각각 ACFC-700, ACFC-800, ACFC-900 및 ACFC-1000으로 표시하였다.

표면 성질.

pH측정: 서로 다른 활성화 온도에 따라 제조한 활성탄소섬유 복합재료의 pH를 ASTM D-3838에 따라 측정하였다. 건조시킨 각각의 시료 약 0.5 g을 100 °C로 끓인 증류수 20 mL에 첨가하여 12시간 이상 진탕한 후, 각 용액을 여과시켜 그 상등액의 pH를 Hanna Instrument사의 HI-9210 N, pH-meter로 측정하였다.

표면 산도 및 표면 열기도 측정: 활성화 온도에 따라 각각의 활성탄소섬유 복합재료의 표면에 형성된 산소화합물에 의한 표면 산도 및 표면 열기도는 Boehm의 선택 중화법에²³ 따른 부피적정에 따라 측정하였다. 우선, 표면 산도의 측정에 있어서는 각 시료별로 정확히 1.0 g씩 취하여 250 mL 삼각 플라스크에 옮긴 후 0.1 N NaOH 용액 100 mL를 각각의 플라스크에 첨가하였다. 이후 공기 중의 산소에 의한 자동 산화를 방지하기 위하여 완전히 밀봉한 뒤 48시간 이상 진탕하였다. 각각의 진탕액을 membrane filter (nylon, φ=0.45 μm)로 여과하여 그 상등액 20 mL를 0.1 N HCl용액으로 적정하였다. 표면 열기도의 측정도 표면 산도 측정과 같은 과정에 따라 진행하였으며, 시료 첨가 용액은 0.1 N HCl로 적정

용액을 0.1 N NaOH로 하였고, 이때 지시약으로는 0.01 M 페놀프탈레인 표준 용액을 각각 사용하였다.

흡착성능 및 차압 측정.

기체 흡착성능: 제조한 활성탄소섬유 복합재료의 흡착 비표면적과 기공구조 등은 질소기체 흡착장치 (Micromeritics, ASAP-2400)를 이용하여 측정하였으며, BET 방법에²⁴ 따라 분석하였다. 먼저 각 시료들을 573 K에서 시료 내 잔류 압력이 10⁻³ torr가 될 때까지 약 5~6시간 동안 degassing시킨 후, 77 K에서 상대 압력 (P/P₀)의 증가에 따른 질소기체의 흡착량을 측정하여 그 흡착 비표면적, 기공 크기, 평균 기공 직경 및 총 기공 부피 등을 측정하였다. 이때, 흡착되는 질소기체의 흡착량은 액상에서 질소기체의 몰 부피를 35 cm³·mol⁻¹로 하여 부피 흡착량으로 나타내었다.

차압 측정: 실용적 측면에서 필터 소재로서의 수명과 기능을 결정하는 필터 표면에서의 차압은 ASTM F-778의 방법에 따라 제작한 Figure 2의 차압측정기를 사용하여 측정하였다. 차압측정용 기체로는 순도 99.9995%의 공기를 사용하였으며, 시료를 통과하는 공기의 유속을 각각 50, 100, 150 및 200 cm³·min⁻¹로 하여 각각의 유속에 대한 시료 전·후의 압력 차를 구하였다.

결과 및 고찰

활성화 온도에 따른 시료의 수율. 활성화 온도에 따른 질량손실 (Burn-off)을 Figure 3에 나타내었다. 본 결과로부터, 활성탄소섬유 복합재료의 질량손실은 활성화 온도의 증가에 따라 거의 직선적으로 나타났으며, 900 °C이상에서 약 60%의 질량손실을 나타내었다. 이것은 탄소-탄소 복합재료 제조시 페놀수지의 열분해에 의한 것으로 열처리 온도에 따른 부피 수축량과 거의 일치하고 있다.²⁵ 즉, 활성화 온도가 증가할수록 탄화된 시료 표면의 불안정한 탄소성분과 활성화 기체로 주입된 CO₂와의 반응에 의해 CO기체가 발생하게 되며, 이러한 기화 반응에 의해 표면에서 기공구조가 발달하면서 시료의 질량손실이 발생된다. 좀 더 상세하게 Figure 3을 살펴보면, 활성화에 따른 Burn-off(%)는 (1) 식을 따르며, 본 실험에서 사용한 활성화 온도 중 900 °C에서 활성화시킨

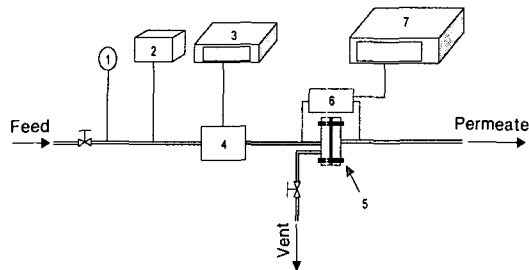


Figure 2. Schematic diagram of the pressure drop tester for filter media (1: Regulator, 2: Mass flow controller, 3: Flow indicator, 4: Flow sensor, 5: Test cell 6: Pressure transducer, 7: Pressure indicator).

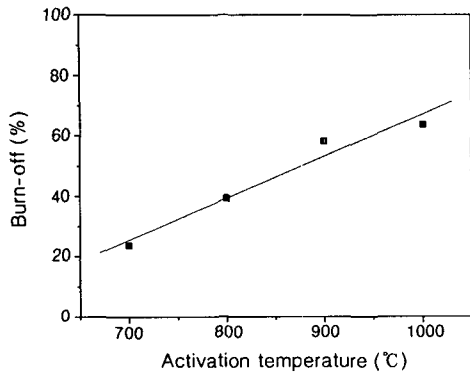


Figure 3. Burn-off with the activation temperature for ACFCs studied.

시료의 질량손실이 활성화 온도 편차에 대하여 가장 큰 것으로 나타났다.

$$\text{Burn-off (\%)} = \frac{W_r - W_p}{W_r} \times 100 \quad (1)$$

여기서, W_r 는 활성화 처리 전 시료의 무게 (g), W_p 는 활성화 처리 후 시료의 무게 (g)를 각각 나타낸다.

이 결과로부터 기공구조의 발달, 특히 미세기공의 발달이 활발해짐에 따라 비표면적의 증가가 두드러짐을 알 수 있으며, 본 실험에서의 활성화탄소 함유 복합재료의 활성화 온도에 따른 비표면적의 경우 ACFC-900가 약 $570 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ 로 나타났으며, 그 이상의 고온에서는 오히려 비표면적의 감소를 나타내었다. 이것은 고온 활성화 공정 중 발생하는 기공구조가 주입되는 CO_2 기체에 의해 채워지면서 탄소 성분

Table 1. Surface Properties of ACFCs Studied

samples	pH	acid value (mequiv.g ⁻¹)	base value (mequiv.g ⁻¹)
ACFC- 700	6.8	180	50
ACFC- 800	6.9	135	55
ACFC- 900	7.1	80	70
ACFC-1000	7.4	65	90

간의 반응에 의한 재편제화에 의해 새로이 흑연 기저면 (basal planes of graphite)이 형성되므로써 비표면적이 감소하는 것으로 사료된다.

활성화 온도에 따른 표면성질의 변화. 활성화 온도는 탄소 함유 표면의 성질에도 영향을 주는데, Table 1에서 나타낸 바와 같이 800 °C 이하의 온도에서 활성화할 경우 대체로 pH 7에 가까운 약한 산성을 띤 중성의 성질을 가지는데 비해 900 °C 이상의 고온 활성화에서는 pH가 점차 증가하여 염기성을 띠게 됨을 알 수 있다. 이것은 활성화 온도가 증가함에 따라 탄소 함유 표면의 탄소-산소 표면 관능기가 점차 안정화되어 약한 전자받개 공명탄소 구조가 전자주개 공명구조로 전환되기 때문인 것으로 사료된다. 활성화 온도의 증가에 따른 탄소 구조체의 표면성질의 변화에 대하여 최근 불안정한 말단 탄소 원자는 표면에서의 전자쌍 주개에 의한 자기 편제화에 따라 점차 안정화되며, 그 표면은 Lewis 염기성을 띠게 된다는 연구결과가 보고되고 있다.¹⁹ 따라서, 본 실험을 통한 활성화 온도의 조절에 따라 활성화탄소 함유 표면에 극성을 부여할 수 있으며, 이것은 극성을 띠는 유·무기 흡착질에 대해 선택적으로 우수한 흡착 특성을 가질 수 있다고 사료된다.

온도의 변화에 따른 활성화탄소 함유의 표면 성질은 표면 산도 및 표면 염기도의 측정을 통해 정확히 알 수 있다. 실험에 사용된 Boehm의 선택 중화법에 의한 표면 산도는 농도가 다른 여러 가지 염기성 용액의 선택적인 중화 성질을 이용하여 탄소 표면의 탄소-산소 화합물의 정성 분석이 가능하여 (2) 식에 따라 표면 산도 값을 구할 수 있다.

$$A.V. = \frac{(a-b) \times f \times N}{M} \times 1000 \quad (2)$$

여기서, a 는 시료를 첨가하지 않은 0.1 N NaOH

용액 20 mL를 같은 농도의 HCl용액으로 적정했을 때의 적정량, b 는 시료 첨가 후 적정에 소모된 0.1 N HCl용액의 양, f 는 0.1 N HCl용액의 factor (20 °C에서 $f=1.002$), N 은 적정에 사용된 HCl용액의 농도 (즉, $N=0.1$)를 나타낸다.

Table 1에 나타난 바와 같이 700 °C에서 활성화된 활성탄소섬유의 표면 산도 값이 가장 크게 나타났으며 온도가 증가할수록 표면 산도는 점차 감소하였다. 이와 반대로 표면 염기도의 경우 1000 °C의 고온 활성화의 경우 가장 크게 나타났으며 이는 곧 활성화 온도에 따라 표면 산도 및 염기도가 상대적으로 변화하였음을 알 수 있었다.

표면구조 분석 및 흡착 특성. 활성화 온도에 따른 각 시료들의 비표면적, 총 기공 부피, 미세기공 부피 및 평균 기공 직경 등을 Table 2에 나타내었다. 본 결과로부터, 활성화 온도의 증가에 따라 시료 표면에 형성된 기공구조는 중기공에서 미세기공으로 발달하고 있음을 알 수 있으며, 이에 따른 총 기공 부피와 비표면적도 증가함을 확인할 수 있다. 특히, 활성화 온도가 900 °C의 경우 기공구조의 발달에 따른 비표면적이 가장 큰 것으로 나타났다.

각 시료들의 비표면적은 질소기체 흡착에 의한 BET 방법에 따라 측정하였으며, 그 흡착등온선을 Figure 4에 나타내었다. 활성화 온도의 증가에 따른 각 시료들의 흡착등온선 형태는 일정하게 유지되고 있으며, BET 분류방법에 따라²⁶ 전형적인 Type-I의 형태를 나타내고 있음을 알 수 있다. 온도에 따른 각 시료의 흡착등온선은 약 0.05 이하의 낮은 상대압력에서 급격한 흡착거동을 보이며, 그 이상의 상대압력에서는 흡착평형을 이루어 거의 수평에 가까운 흡착거동을 보이고 있다. 이것은 활성화 온도에 따른 각 시료의 기공구조는 IUPAC 분류기준에 따라²⁷ 대체로 20 Å 이하의 미세기공으로 이루어져 있으며, 이러한 미세기공에 의한 흡착질의 기공 채움 현상으로 설명된다. 즉, 이러한 흡착특성은 단일 분자층 흡착에 의한 표면 덮힘이 아닌 미세기공에 의한 모세관 응축 메커니즘으로 잘 설명될 수 있다.²⁸

이러한 각 시료의 활성화 온도에 따른 미세기공 부피를 Figure 5의 t-plot으로²⁹ 나타내었다. 대체로 미세기공 구조를 갖는 흡착제에 의한 흡착은 낮은 상대 압력 하에서는 흡착질에 의한 세공응축에 의해,

Table 2. Adsorption Characteristics of ACFCs with Different Activation Temperature

samples	S_{BET}^a ($m^2 \cdot g^{-1}$)	V_m^b ($cm^3 \cdot g^{-1}$)	V_T^c ($cm^3 \cdot g^{-1}$)	D_P^d (Å)
ACFC- 700	340	0.26	0.39	28.5
ACFC- 800	482	0.29	0.40	24.2
ACFC- 900	576	0.34	0.40	17.6
ACFC-1000	548	0.32	0.41	19.2

^a Specific surface area determined from BET-method.²⁴ ^b Micropore volume from t-method.²⁹ ^c Total pore volume. ^d Average pore diameter.

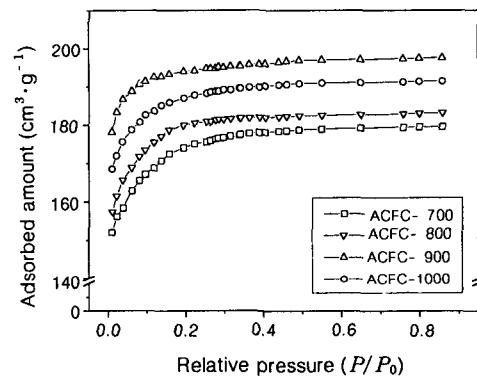


Figure 4. N₂-gas adsorption isotherm of ACFCs with relative pressure.

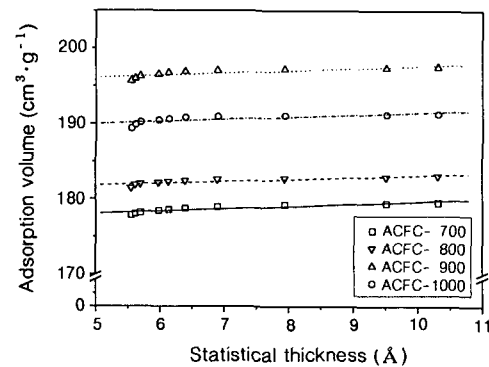


Figure 5. t-plots of ACFCs.

이후에는 흡착제 표면에서의 다분자층 흡착이 일어난다.

이러한 외부표면에서의 흡착 분자층의 두께 (t)와 그 흡착량은 선형을 나타내며, 그래프를 흡착량 축에 외삽하여 구한 절편값을 액체질소의 부피인 35 cm^3 .

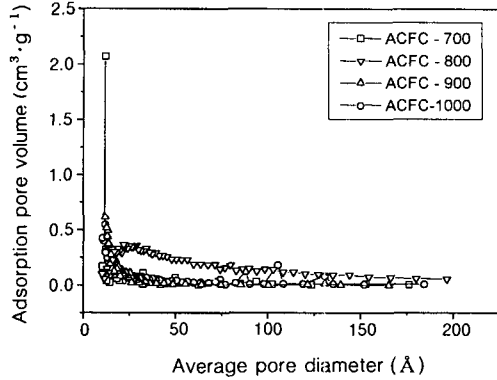


Figure 6. Pore size distribution of ACFCs.

mol⁻¹로 환산하여 미세기공의 부피를 구하였다. 이렇게 구한 각 시료의 미세기공 부피는 활성화 온도가 증가함에 따라 증가하였으며, 특히 ACFC-900의 경우 Table 1에서 보이는 바와 같이 0.34 cm³·g⁻¹로 가장 잘 발달되었음을 알 수 있다. 즉, 900 °C의 활성화 온도에서 시료와 CO₂ 기체와의 반응에 의한 CO의 발생이 가장 많으며, 이로 인해 형성되는 기공

구조는 대체로 20 Å 이하의 균일한 미세기공 구조를 가짐을 알 수 있다.

한편, 각 시료의 활성화 온도에 따른 기공 크기 분포도를 Figure 6에 나타내었다. 그림에 나타난 바와 같이 각 시료의 기공 크기는 활성화 온도의 증가에 따라 중기공에서 미세기공으로 발달하고 있으며, 그 차이는 그리 크지 않음을 알 수 있다. 이것은 활성화 공정 중 CO₂ 기체에 의한 탄소섬유 표면에서의 에칭이 일어나지 않았으며, 결합재인 페놀수지에 의해 기공의 크기가 대체로 균일하게 발달하는 것으로 나타났다. 그러나, 앞에서 살펴본 바와 같이 ACFC-700 및 ACFC-800의 경우 그 비표면적이 크게 증가하지 않은 것으로 나타났는데, 이것은 800 °C 이하의 온도에서 활성화할 경우 활성화 기체인 CO₂와 시편과의 반응이 활발하지 못하며, 따라서 발생하는 총 기공 부피가 상대적으로 ACFC-900 및 ACFC-1000보다 적기 때문으로 사료된다.

이러한, 활성화 온도에 따른 시료들의 표면 구조변화를 Figure 7의 주사전자현미경 (SEM) 사진으로

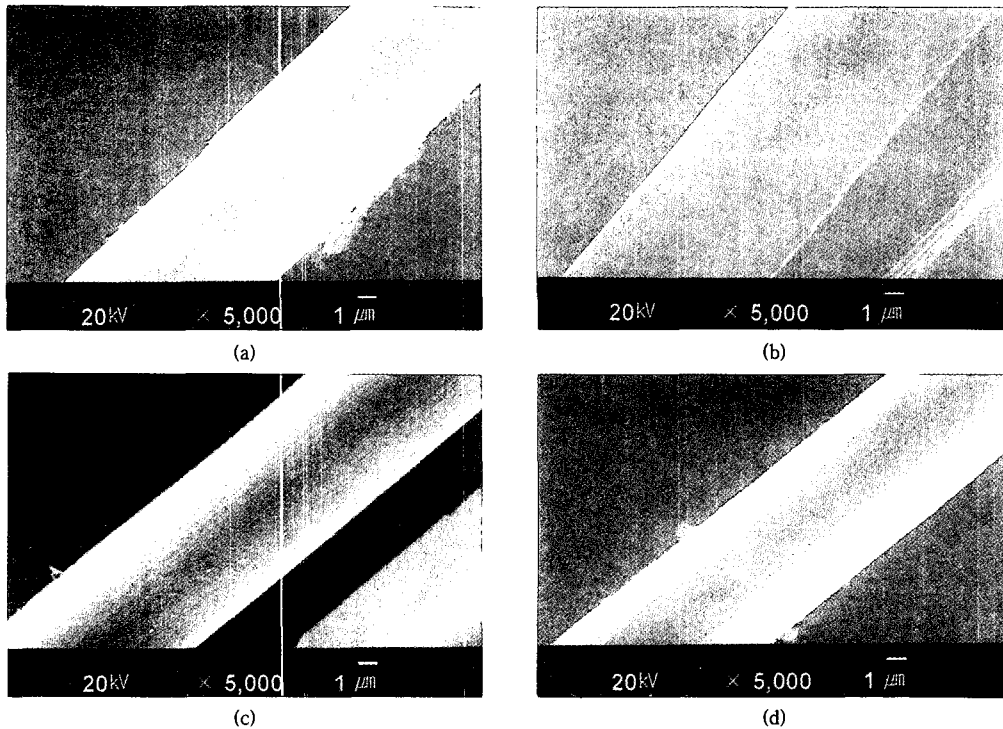


Figure 7. SEM photographs of ACFCs (a: ACFC-700, b: ACFC-800, c: ACFC-900, d: ACFC-1000).

나타내었다. 그림에 나타난 바와 같이 온도의 증가에 따라 섬유 직경이 점차 감소하고 있음을 알 수 있으며, 이것은 활성화에 따라 섬유 표면에서 발생하는 CO 기체의 기화에 의한 것으로 사료된다. 이러한 기화현상은 질량손실과 함께 활성화가 진행되면서 기공 구조를 발달시키게 되며, 섬유 내부로의 기공 발달을 촉진시키게 된다. 이에 따라 섬유 단면적은 점차 감소하게 되나, 기공 발달에 따른 비표면적은 점차 증가한다. 그러나, ACFC-1000의 경우 고온 활성화에 의하여 섬유 표면에서의 질량손실이 커지게 되고 따라서, 표면에 형성된 기공 구조를 파괴하여 총 기공 부피가 감소하게 되어 비표면적이 감소하게 된다. 즉, 활성화 조건에 따라 섬유의 표면에서 내부로의 기화 반응이 진행되면서 기공 발달이 활발해지며 총 기공 부피와 비표면적이 변화하게 됨을 알 수 있다.

한편, 시편 표면에서의 압력손실을 공기의 유속에 따라 측정하여 각각의 유속에 대한 차압 측정값을 구하여 Figure 8에 나타내었다. 일반적으로 유속의 증가에 따라 시편 양 단면에 걸리는 차압 측정값은 비례적으로 점차 증가하고 있음을 알 수 있다. 또한 활성화 온도에 따른 차압의 변화는, 활성화 온도가 증가함에 따라 감소하는 것으로 나타났다. 이것은 활성화 온도의 증가에 따른 질량손실의 증가와 함께 시편 표면에 형성되는 기공 구조, 특히 열린 기공의 발달에 따라 공기의 흐름이 원활히 이루어지고 있음을 알 수 있다. 특히, 이러한 압력손실은 필터의 수명 뿐만 아니라 표면에 형성되는 먼지 덩어리에 의한 기능저하의 원인이 될 수 있다. 본 실험에 있어서 각 시료의

차압 측정값은 실제 적용에 있어 공기의 유속이 $200 \text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$ 에서 $3.0 \text{ mm H}_2\text{O}$ 이하의 조건에³⁰ 모든 시편이 대체로 만족하는 것으로 나타난 가운데, 활성화 온도의 조절에 의하여 차압을 좀 더 효과적으로 감소시킬 수 있음을 확인할 수 있었다.

결론

본 실험에서는 PAN계 탄소섬유와 페놀수지를 사용하여 활성탄소섬유 복합재료를 제조하였으며, 각 시료의 활성화 온도에 따른 표면 성질 및 표면 구조의 변화를 분석하여 다음의 결론을 얻을 수 있었다.

1) 활성화 온도는 활성탄소섬유 복합재료의 표면 성질에 영향을 주어, $900 \text{ }^\circ\text{C}$ 이상의 고온 활성화의 경우 탄소섬유 표면의 탄소-산소의 공명 구조체가 점차 안정화되어 전자쌍 주기에 의한 Lewis 염기성을 띠게 된다. 따라서, 본 실험을 통하여 활성화 온도가 $900 \text{ }^\circ\text{C}$ 를 조건으로 전자쌍 주계-받계로의 공명 구조의 변화가 나타남을 확인할 수 있었다.

2) 페놀수지를 결합재로 한 활성탄소섬유 복합재료의 제조에 있어서 표면에 발달된 기공 구조는 대체로 $17 \sim 30 \text{ \AA}$ 의 균일한 기공 크기를 가지므로써 활성화 온도에 따라 평균 기공 크기를 조절할 수 있음을 알 수 있었다.

3) CO_2 기체 활성화법에 의해 제조한 활성탄소섬유 복합재료는 활성화 온도의 증가에 따라 비표면적과 기공 구조가 발달하였으며, 특히 ACFC-900의 경우 미세기공의 발달과 함께 비표면적이 가장 증가하였음을 확인하였다.

4) 본 실험에서 제조한 활성탄소섬유 복합재료의 차압 변화는 활성화 온도에 의해서도 조절이 가능함을 알 수 있다.

참고 문헌

1. B. Z. Jang, "Advanced Polymer Composites", ASM International, Ohio, 1994.
2. P. K. Mallick, "Fiber-reinforced Composites", 2nd ed., Marcel Dekker, New York, 1993.
3. S. J. Park and J. R. Lee, *J. Mater. Sci.*, **33**, 647 (1998).
4. J. C. Lee, B. H. Lee, B. G. Kim, M. J. Park, D. Y. Lee, I. H. Kuk, H. Chung, H. S. Kang, H. S. Lee, and D. H.

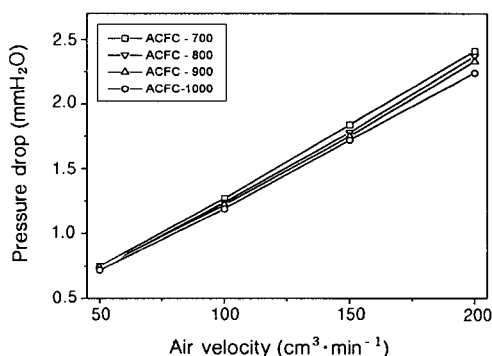


Figure 8. Pressure drop of ACFCs with air flow velocity.

- Ahn, *Carbon*, **35**, 1479 (1997).
5. G. M. Kimber, M. Jagtoyen, Y. Q. Fei, and F. J. Derbyshire, *Gas Sep. Purif.*, **10**, 131 (1996).
 6. J. B. Donnet and R. C. Bansal, "Carbon Fibers", 2nd ed., Marcel Dekker, New York, 1990.
 7. Z. Li, M. Kruk, M. Jaroniec, and S. K. Ryu, *J. Colloid Interface Sci.*, **204**, 151 (1998).
 8. M. Suzuki, *Carbon*, **32**, 577 (1994).
 9. R. Lebeda, J. Skubiszewska-Zieba, and V. I. Bogillo, *Langmuir*, **13**, 1211 (1997).
 10. S. J. Park and K. D. Kim, *Polymer(Korea)*, **22**, 994 (1998).
 11. Y. Komatsubara, S. Ida, H. Fujitsu, and I. Mochida, *Fuel*, **63**, 1738 (1984).
 12. A. Ahmadpour, B. A. King, and D. D. Do, *Ind. Eng. Chem. Res.*, **37**, 1329 (1998).
 13. M. J. B. Evans, E. Halliop, and J. A. F. Macdonald, *Carbon*, **37**, 269 (1999).
 14. M. M. Dubinin and L. V. Radushkevich, *Dokl. Akad. Nauk. SSSR*, **55**, 331 (1947).
 15. M. D. Donohue and G. L. Aranovich, *J. Colloid Interface Sci.*, **205**, 121 (1998).
 16. K. Raveendran and A. Ganesh, *Fuel*, **77**, 769 (1998).
 17. R. C. Bansal, J. B. Donnet, and F. Stoeckli, "Active Carbon", Marcel Dekker, New York, 1988.
 18. R. Fu, H. Zeng, and Y. Lu, *Carbon*, **32**, 593 (1994).
 19. E. D. Dimotakis, M. P. Cal, J. Economy, M. J. Rood, and S. M. Larson, *Environ. Sci. Technol.*, **29**, 1876 (1995).
 20. S. J. Park and K. D. Kim, *J. Colloid Interface Sci.*, **212**, 186 (1999).
 21. H. Tributsch and L. Pohlmann, *Science*, **279**, 1891 (1998).
 22. C. A. Leon y Leon, J. M. Solar, V. Calemma, and L. R. Radovic, *Carbon*, **30**, 797 (1992).
 23. H. P. Boehm, E. Diehl, W. Heck, and R. Sappok, *Angew. Chem.*, **76**, 742 (1964).
 24. S. Brunauer, P. H. Emmett, and E. Teller, *J. Am. Chem. Soc.*, **60**, 309 (1938).
 25. G. Savage, "Carbon-Carbon Composites", Chapman & Hall, London, 1993.
 26. S. Brunauer, L. S. Deming, W. S. Deming, and E. Teller, *J. Am. Chem. Soc.*, **62**, 1723 (1940).
 27. K. S. W. Sing, D. H. Everett, R. A. W. Haul, L. Moscou, R. A. Pierotti, J. Rouquerol, and T. Siemieniewska, *Pure. Appl. Chem.*, **57**, 603 (1985).
 28. F. B. Aarden, P. J. A. M. Kerkhof, and A. J. J. van der Zanden, *AIChE J.*, **45**, 268 (1999).
 29. J. H. de Boer, B. C. Lippens, B. G. Linsen, J. C. P. Broekhoff, A. van den Heuvel, and T. V. Osinga, *J. Colloid Interface Sci.*, **21**, 405 (1966).
 30. M. J. Matteson and C. Orr, "Filtration, Principles and Particles", Marcel Dekker, New York, 1987.