

Preparation and Characterization of PAN-based Web of Carbon Nanofibers by Electrostatic Spinning

Chan Kim[◆] and Kap Seung Yang

Faculty of Applied Chemical Engineering, Chonnam National University, 300 Youngbong-dong, Buk-gu, Gwangju 500-757, Korea

◆e-mail: ckim37@hannmail.net

(Received October 10, 2002; accepted November 25, 2002)

Abstract

Electrostatic spinings were performed with the solutions of PAN/DMF to be nanofiber webs. The diameter of the fibers ranged from 200 nm to 1000 nm depending on the PAN concentration and on the applied DC voltage. The nanofibers were oxidatively stabilized and subsequently carbonized up to 1000°C with carbonization yield of 40%. The bulk electric conductivity of the carbonized web increased from 6.8×10^{-3} S/cm to 1.96 S/cm while the carbonization temperature increased from 700°C to 1000°C.

Keywords : PAN, electrostatic spinning, carbonization

1. 서 론

탄소섬유는 출발 원료에 따라 polyacrylonitrile(PAN)계, 피치계, 레이온계 등으로 구분할 수 있으며, 형태에 따라 장섬유와 단섬유로 구분된다[1-3]. 장섬유는 프리프레그(prepreg)나 필라멘트(filament)용으로 이용되기 때문에 사질이 없는 방사 기술이 요구되며, 보통 용융방사(melt spinning)나 용액방사(solution spinning)하여 권취하는 방법에 의해 제조되고 있다. 단섬유는 각종 전극재, 복합재료용 필러, 단열재 등으로 이용되며, 원심 방사법[4]과 용융분사법(melt-blown spinning)[5] 등에 의해 제조되고 있다. 이와 같은 방사방법에 의해 유기섬유를 만들고 이를 산화 안정화한 후 고온(약 $\sim 1500^\circ\text{C}$)의 불활성 분위기에서 탄소화 공정을 거친 후 얻어지는 것이 탄소섬유이다. 이와 같은 전통적인 방사방법에 의해 얻어진 섬유의 평균 직경은 10~20 μm 정도이며, 복합방사나 고분자 복합체(polymer blend)를 방사하여 한 성분을 용해하거나 분리하여 얻는 특수한 방법도 섬유의 직경을 나노미터(nm) 단위로 얻는 것은 매우 어렵고, 고비용을 요하는 기술이다. 또한, 최근 관심이 집중되고 있는 카본나노튜브(carbon nanotube)[6]나 카본나노파이버(carbon nanofiber), 기상성장 탄소섬유(vapor grown carbon fiber, VGCF)[7] 등은 arc-discharge나 laser ablation, 화학적 기상증착법(chemical vapor deposition, CVD) 등을 이용하여 얻어지는 것으로 고가의 제조설비와 특수한 조건을 요하는 기술이며, 형태는 섬유상을 보이나 섬유장(L/D)이 매우 작은 단점을 지니고 있다.

1934년 Formhals[8]에 의해 정전방사에 의한 섬유제조에 관한 보고가 있었으며, 그 이후 고분자를 용융상태에서 정전방사한 보고가 있다[9-12]. 최근까지 30여종 이상의 합성 및 천

연 고분자 물질에 대한 연구가 있었으나 주로 정전 방사된 섬유의 형태와 미세구조에 초점을 맞춰왔으며, 정전방사 웹의 투과특성이나 물질전달 특성이 추가되어 연구되었다[13]. 최근에는 정전방사된 섬유의 특성과 공정인자에 대한 연구가 컴퓨터 모사를 통해 이루어지고 있다[14-16].

정전방사는 고분자 용액이나 용융물에 높은 전압을 인가함으로써 고분자 쇄간의 조성된 정전기적인 반발력과 음극(-)과 양극(+) 사이에 발생하는 전기장을 이용하여 수백 nm크기의 섬유로 이루어진 부직포 웹을 얻는 공정이다. 전압이 인가되기 전에 고분자 용액은 노즐의 끝에서는 표면장력 때문에 구형의 방울 형태로 매달려 있다가 전압이 인가되면서 그 방울의 표면에 전하가 도입되고 일그러지기 시작한다. 전압이 증가하면서 임계전압에 도달하면 방울의 끝 정점부터 분사되어 나가는데 이것을 Tailor Cone[17]이라고 한다. 그 원뿔의 형상 다음에도 계속해서 유체는 더 가늘어지는데 이런 상태를 정전 유체 원추분사(electrohydrodynamic cone-jet)[18]라 한다. 그 분사체가 집속장치에 도달하기 전에 그 유체의 불안정성은 증가하며, 그 불안정성이 고분자 전하를 띤 고체섬유 형태로 집속장치에 집속 되게 된다. 이 불안정성의 원인은 방사상으로 작용하는 전하의 척력 때문으로 여겨지며 단분사(single jet)를 여러 가닥의 섬유로 나누는(multiple filaments) 결과를 가져오고 그러한 현상을 분사(spraying)라 명명하고 있다.

정전방사 섬유의 용도에 있어서의 중요성에도 불구하고 정전방사 과정에 대해서는 여러 추정사의 어려움 때문에 충분한 연구가 진행되지 못했으며, 컴퓨터 모사에 의하여 이 불안정을 예측하려는 시도를 해왔고 Shin[19] 등은 glycerol과 pol(ethylene oxide)/H₂O 용액을 이용해서 Tailor Cone의 모양과 유체의 불안정성에 대하여 컴퓨터 모사 결과와 실험치를

비슷하게 접근시키는데 성공하였다. 여기에서 사용된 용액 변수로는 점도, 전기전도도, 유전상수, 표면장력 등이었으며, 공정 변수로는 인가전압의 크기와 용액의 부피유속(volume flow rate)이었다.

본 연구에서는 대표적인 탄소섬유 전구체인 PAN(polyacrylonitrile)을 DMF(dimethyl formamide)에 용해하여 정전방사, 산화안정화, 탄소화 하여 카본나노파이버 웹을 제조하고 분석한 결과에 대해서 고찰하고자 한다.

2. 실험

2.1. 방사용액 제조

정전방사의 원료인 PAN은 Aldrich사로부터 제공받았으며, 용매는 DMF(dimethyl formamide)를 사용하였다. PAN을 DMF에 중량비로 5에서 25 wt.%까지 조절하여 상온에서 방사용액을 만들었다.

2.2. 정전방사

고전압 직류발생장치는 (주)한영전자의 DC power supply (HYP-303D)에 고전압 발생기를 부착한 것을 사용하였으며, 방사용액을 피펫에 넣어 양극(+)을 접촉시키고, 집속롤러(collector)에는 음극(-)을 접촉시켰다. 이때 사용된 방사용액의 농도는 5~25 wt.%를 사용했다. 방사노즐은 직경이 0.5 mm인 것을 사용했으며, 방사구와 집속장치와의 거리(tip-to-collector distance: TCD)는 10 cm로 고정했다. 이때 사용된 전압은 5~20 kV였으며, 중력상태에서 방사했다. Fig. 1에는 본 실험에 사용된 정전방사장치의 모식도를 나타냈다.

2.3. 산화 안정화 및 탄소화

정전방사된 PAN 섬유 웹을 가로, 세로 10 cm × 10 cm로 절

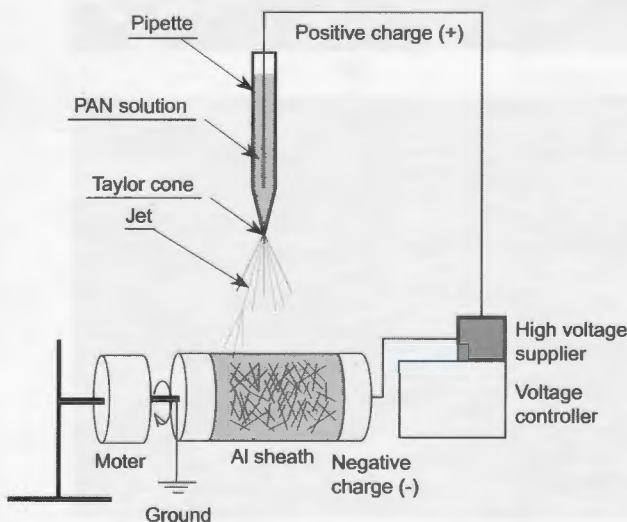


Fig. 1. Schematic diagram of electrostatic spinning apparatus.

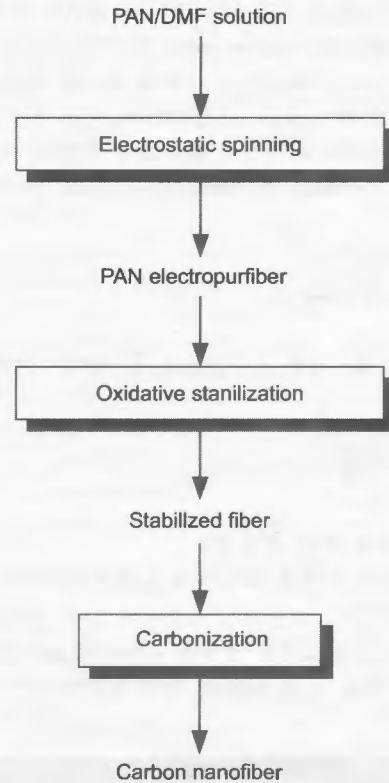


Fig. 2. Experimental procedure.

단하여 열풍순환로에 넣고 분당 1 l의 공기를 통과시키면서 상온에서 280°C까지 분당 1°C씩 승온하면서 280°C에서 1시간 유지시켜 산화 안정화 하였다.

산화 안정화된 시료는 튜브형 전기로를 사용하여 700°C에서 1000°C까지 질소분위기하에서 1시간 탄소화하여 카본 나노섬유 웹을 얻었다. Fig. 2에는 본 실험의 진행과정을 나타냈다.

2.4. 분석

PAN 용액의 농도에 따른 점도를 Brookfield사의 LVDV-II 점도계를 사용하여 20°C에서 측정하였다.

정전방사, 산화안정화, 활성화된 시료의 모폴로지 분석은 SEM(Scanning Electron Microscopy, Hitachi, S-4100, Japan)을 사용하여 분석하였으며, 결정구조 분석은 X-ray diffractometer (DMax 1200, Rigaku, 30 kV, 20 mA, $\text{CuK}\alpha$, $\lambda = 0.15406$ nm)를 이용하여 행하였다.

정전방사된 섬유의 열중량 분석(Simatsu TG50, Japan)은 공기와 질소가스 분위기에서 승온속도 2°C/min으로 800°C까지 행하였다.

FT-IR(Nicolet 520, USA) 분석을 위하여 시료를 KBr에 분산시켜 pellet을 제조한 다음 산화 안정화 공정에서의 작용기 변화를 조사하였다.

탄소섬유 웹의 전기전도도 측정(Model 2041, Kotronix,

Japan)은 4 단자법을 이용하여 방사시 권취된 방향으로 측정 하였으며, 단자는 은선(silver wire), 단자와 섬유의 연결부분은 은분함유 접착제를 사용하여 저항을 최소화 하였다. 단자 사이의 거리는 모두 1 cm로 고정하여 비저항 계산식에서 섬유 웹의 크기를 고정시켜 계산을 용이하게 하였다. 식 (1)에 의하여 비저항을 계산하고 비저항의 역수로부터 전기전도도를 얻었다.

$$\rho = R \times \frac{A}{L} (\Omega \cdot cm) \tag{1}$$

(ρ : 비저항, R : 저항, A : 단면적, L : 단자사이의 거리)

3. 결과 및 고찰

3.1. 정전방사에 의한 섬유제조

Fig. 3은 PAN 용액의 다양한 농도에서 전단속도에 따른 점도변화를 나타냈다. 그림에서 보는바와 같이 전단속도가 증가할수록 점도는 감소하는 경향을 나타내어 non-Newtonian 거동을 보이는 것을 알 수 있으며, 동일 전단속도에서 농도가 증

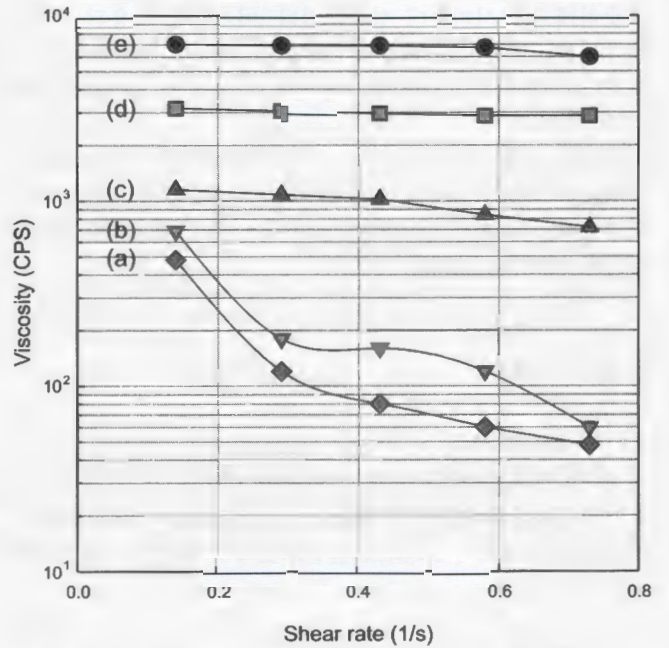


Fig. 3. Viscosity vs. shear rate for PAN/DMF solution; (a) 5 wt.%, (b) 7.5 wt.%, (c) 10 wt.%, (d) 12.5 wt.%, (e) 15 wt.%.

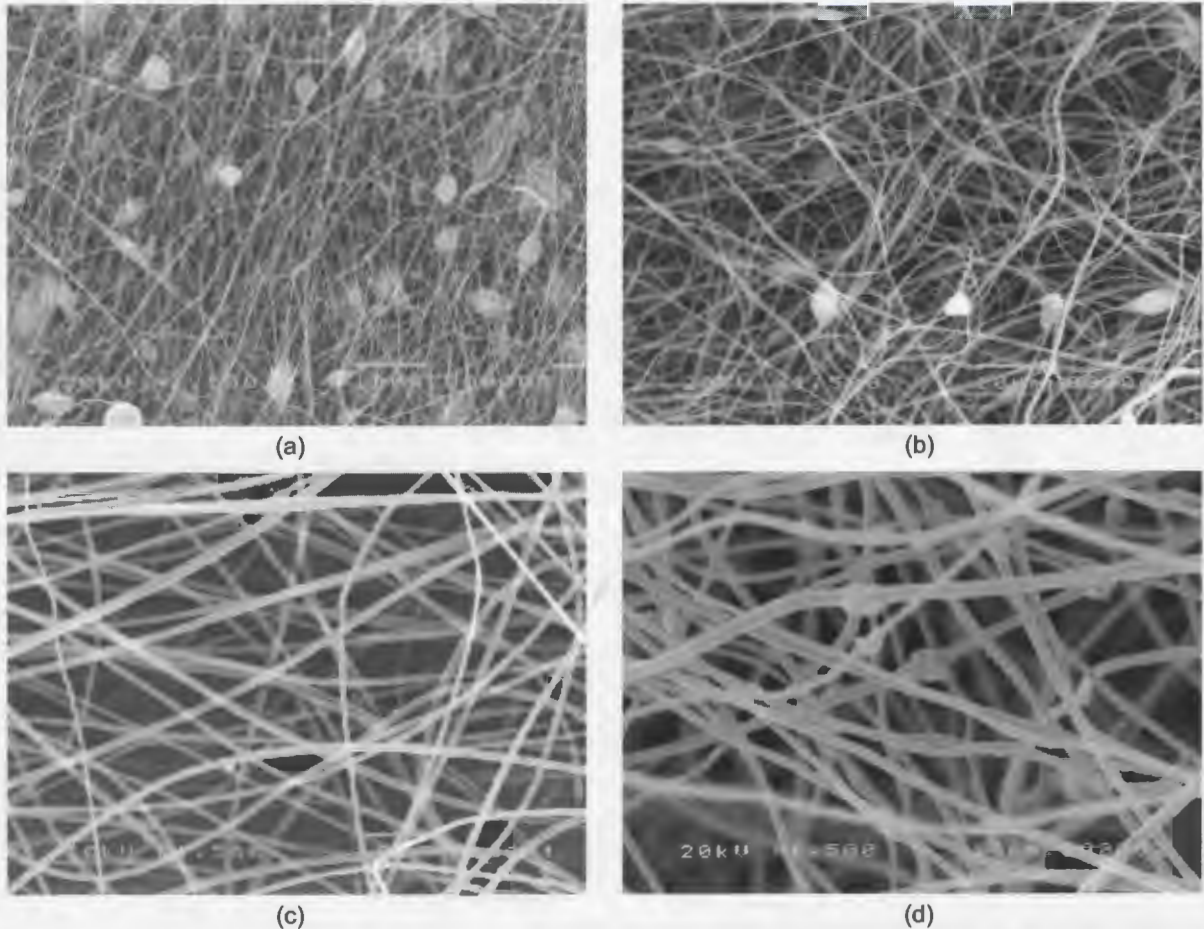


Fig. 4. SEM micrographs of PAN electrospun fiber web; (a) 7.5 wt.%, (b) 10 wt.%, (c) 15 wt.%, and (d) 20 wt.%.

가할수록 점도는 증가하는 것을 알 수 있었다. 특히, 농도가 가장 낮은 5 wt.%의 용액은 정전방사시 연신되지 않아 섬유가 형성되는 대신 비드(bead)상의 고체만 석출되었으며, 25 wt.% 이상의 농도에서는 높은 점도 때문에 여러 가닥의 섬유로 분리되는 분사현상이 일어나지 않아 나노 크기의 섬유를 얻을 수 없었다. 이것은 정전방사시 용액의 농도가 낮아 점도가 낮을 경우 상대적으로 표면장력이 커서 임계전압 이하에서는 섬유 형태로 연신되기 보다는 액체의 방울이 되어 비드상으로 석출된다[20]. 반대로 고분자의 농도가 크기 때문에 점도가 큰 경우에는 고분자쇄 사이에 점착력이 커서 유체가 분리되어 나노섬유로 분사되기 위해서는 상대적으로 높은 임계전압이 필요하기 때문에 분리되지 못하여 나타나는 현상으로 보인다. 이러한 현상은 Shin 등[19]은 상평형도를 통해서 glycerol과 polyethylene oxide 수용액을 정전방사하여 실험과 모사를 통해서 상태를 나타내었고, 위에서 언급한 현상을 설명했다. 이와 같은 현상은 정전방사에 의한 셀룰로오스 섬유의 형성[21]에도 비슷한 결과를 나타냈으며, 너무 높은 점도의 용액은 정전방사시 노즐 끝에 고분자 용액이 엉겨붙는 현상이 나타나 방사가 원활하게 이루어지지 않는 것으로 알려져 있다[8, 22].

Fig. 4은 전압을 20 kV로 고정하고 PAN 용액의 농도를 7.5, 10, 15, 20 wt.%로 변화시켰을 때 정전방사된 PAN 섬유의 SEM 사진이다. 그림에서와 같이 농도가 7.5 wt.%에서 20 wt.%로 높아질수록 섬유경은 평균 200 nm에서 1 μm 까지 점진적으로 커지는 경향을 나타냈고(Fig. 5), 농도가 낮은 Fig. 4(a), (b)의 경우는 섬유와 비드형태가 혼재하는 것을 볼 수 있다. 이것은 용액의 표면장력이 상대적으로 커서 임계 전압 부근에서 용액 방울이 연신되어 섬유화된 부분과 연신되지 못하여 방울 상태로 혼재하여 형성된 현상으로 추정된다. 고분자의 농도가

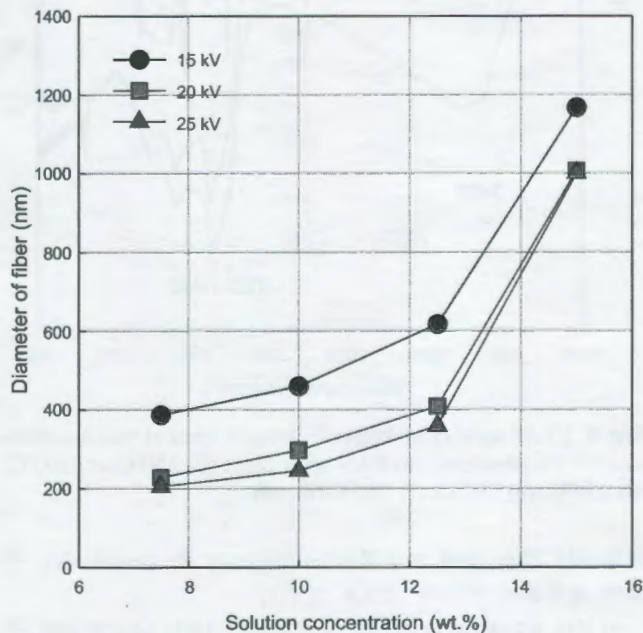


Fig. 5. Fiber diameter versus solution concentrations.

15 wt.%에서 가장 균일한 섬유경을 보였으며(Fig. 4(c)), 평균 섬유경은 300 nm였다.

Fig. 5는 다양한 인가전압에서 용액의 농도에 따른 평균 섬유경의 변화를 SEM 관찰로부터 측정하여 나타낸 것이다. 용액의 농도는 감소할수록, 인가된 전압은 높을수록 섬유경은 감소하는 경향을 나타냈다. 용액의 농도가 7.5 wt.%인 경우 평균 섬유경은 200~400 nm였으며, 농도가 15 wt.%로 증가할 경우 평균 섬유경은 1000~1200 nm로 μm 단위로 직경의 크기가 증가하는 것을 알 수 있다. 동일조건에서 정전방사시 PAN/DMF 용액의 경우, 농도가 약 2배 증가할 경우 섬유경은 평균 3~5배 정도로 증가하는 것을 알 수 있었다.

3.2. 산화 안정화 반응

Fig. 6은 공기와 질소 분위기하에서 정전방사된 PAN 섬유의 열중량 분석을 분당 2°C씩 승온하여 실시한 열중량 분석 결과이다. 질소분위기에서는 약 250°C부터 400°C까지 중량이 급격하게 감소하는 반면, 450°C 이상에서는 중량이 서서히 감소하여 800°C에서 수율이 약 40%로 고정되는 것을 알 수 있었다. 이것은 본 실험에 사용한 PAN 정전방사된 섬유의 경우, 불활성 분위기에서 탄소 이외의 이종원소의 계의 방출이 250°C부터 450°C 사이에서 급격하게, 450°C 이상의 온도범위에서는 서서히 행해지는 것을 알 수 있었다. 공기중에서 열중량 분석한 결과 약 280°C부터 중량감소가 나타나 온도상승과 함께 급격하게 감소하는 것을 볼 수 있었다. 이것은 PAN 정전방사된 섬유가 낮은 온도에서는 공기중의 산소와 반응하다가 온도가 상승하면서 연소되는 반응이 활발하게 일어나는 현상으로 보여진다.

섬유경이 평균 10 μm 정도의 피치섬유를 공기분위기에서 열

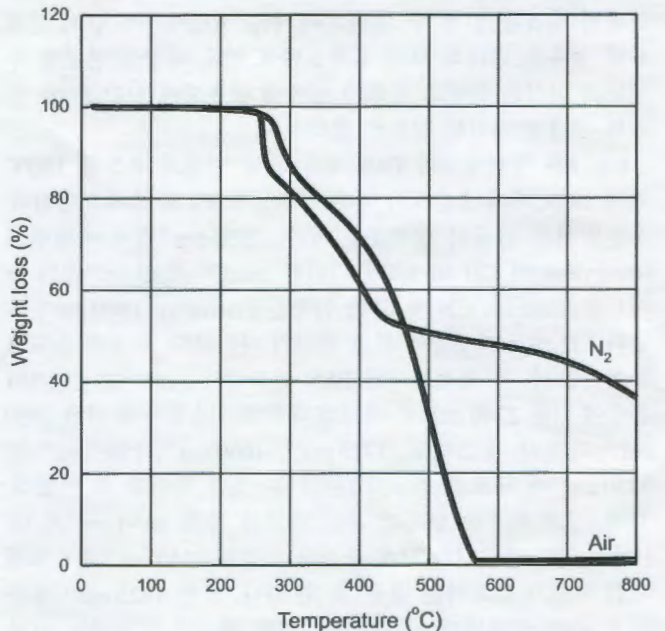


Fig. 6. TGA thermograms of electrospun PAN nanofiber web.

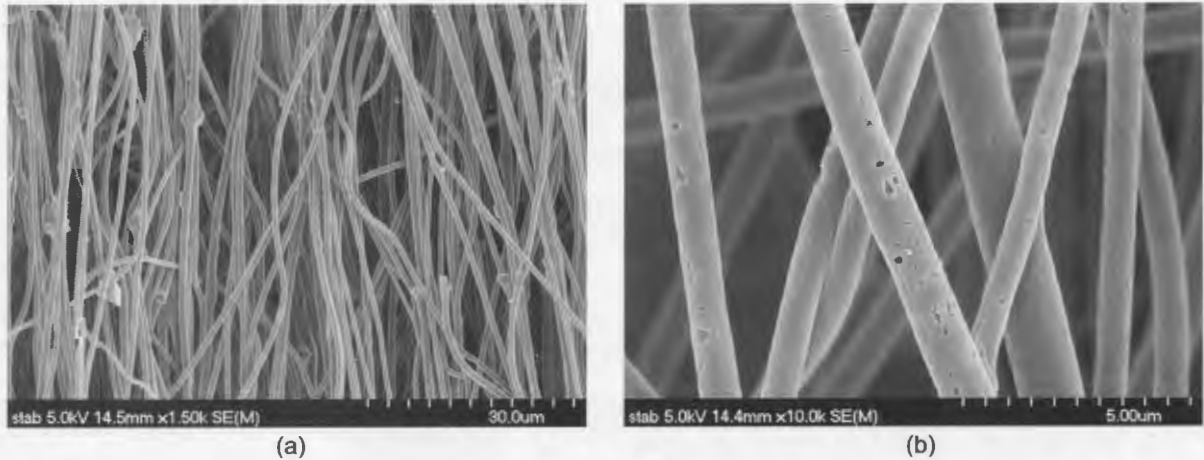


Fig. 7. SEM photographs of oxidatively stabilized PAN nanofiber web; (a) low magnification and (b) high magnification.

중량 분석하면 초기 중량증가를 보이는 것이 일반적인 현상 [23]이나 본 실험에 사용한 정전방사된 PAN 나노섬유의 경우, 중량증가 현상은 뚜렷하게 나타나지 않았다. 이것은 정전방사된 섬유의 직경이 나노사이즈로 용융방사나 용융분사 등에 의해 제조된 탄소섬유 프리커서의 섬유직경과 비교해 수십에서 수백배 정도 작고 상대적으로 비표면적이 커 섬유내 반응된 산소의 질량이 수소나 질소 등의 저분자 화합물의 계외 방출 질량에 비해 상대적으로 적어 나타나는 현상으로 추측된다. 본 실험에서도 산화 안정화 조건을 설정하는데 있어 Fig. 5의 TGA 그래프를 이용하여 150°C에서 시작, 280°C에서 종료, 1시간 유지하여 행하였다.

Fig. 7은 농도 15 wt.%, 인가전압 20 kV에서 정전방사된 PAN 섬유를 공기중에서 산화 안정화시킨 섬유의 SEM 사진이다. 산화 안정화된 PAN 섬유의 평균 직경은 400 nm 정도로 매우 균일한 섬유를 얻을 수 있었으며, Fig. 7(b)에서와 같이 안정화된 섬유를 확대해 보면 섬유표면에 많은 세공을 관찰할 수 있는데 이것은 안정화 반응시 섬유내 함유되어 있던 DMF 용매의 증발에 기인한 것으로 생각된다.

Fig. 8은 정전방사된 PAN 섬유 웹의 안정화 온도를 150°C에서 280°C까지 승온시켜 얻은 시료들의 FT-IR 스펙트럼이다. 정전방사된 섬유의 경우(Fig. 8(a)), 2950 cm⁻¹에서 메틸렌기(methylene)의 CH stretch에 기인한 band와 2240 cm⁻¹에서 나이트릴기(nitrile, CN)에 의한 신축진동(stretch), 1500 cm⁻¹ 부근의 CH₂에 신축진동에 의한 피크가 나타났다. 안정화 온도를 증가시킬수록 정전방사된 PAN 섬유에서 나타나는 CN기의 흡수에 의한 2240 cm⁻¹의 피크와 메틸렌기의 흡수에 의한 2950 cm⁻¹ 피크가 감소하고, 1725 cm⁻¹, 1660 cm⁻¹, 1595 cm⁻¹ 및 3450 cm⁻¹에 새로운 피크가 나타나는 것을 확인할 수 있었다. 특히, 산화 안정화 반응의 온도 증가와 함께 3450 cm⁻¹의 O-H기에 의한 흡수대가 크게 증가하는 것과 2240 cm⁻¹의 C-N에 의한 피크가 감소하는 것을 볼 수 있다. 또한 1725 cm⁻¹ 부근의 C=O의 카보닐기(carbonyl)에 의한 밴드가 발달하는 것과 동시에 1595 cm⁻¹에서 1725 cm⁻¹ 부근에 브로드하게 피크가

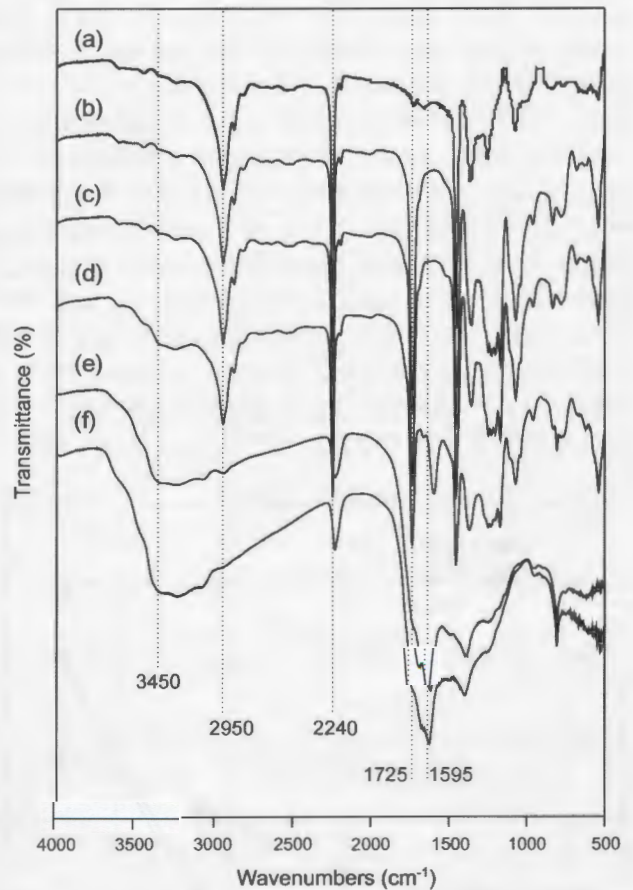


Fig. 8. FT-IR spectra of PAN electrospun fiber at various stabilization temperatures; (a) PAN spun fiber, (b) 150°C, (c) 200°C, (d) 250°C, (e) 280°C, (f) 280°C/60 min.

발달하는 것은 공액 이중결합(conjugated) 즉, C=C(C=N)_n 구조의 복합화에 기인한 것으로 보인다.

이상의 FT-IR 결과로부터 정전방사된 PAN 나노섬유의 산화 안정화 반응의 활성점은 주로 PAN 구성 분자중의 산화반

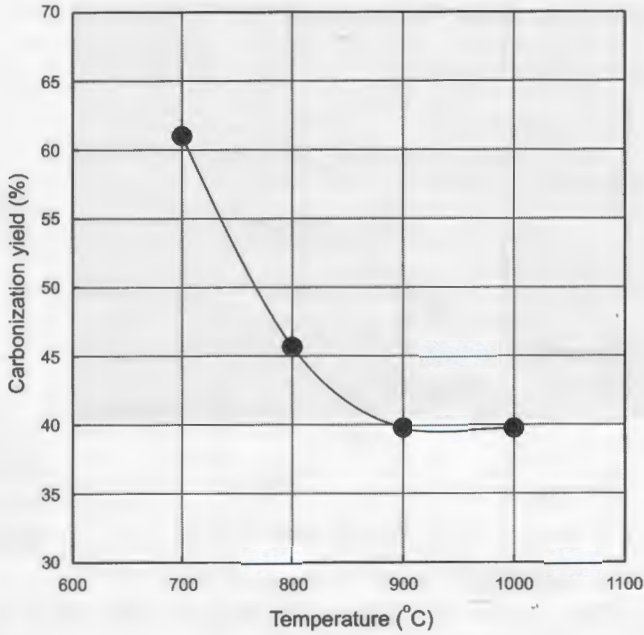


Fig. 9. Carbonization yield of PAN electrospun nanofiber web.

용에 의한 나이트릴기의 감소와 축쇄 및 분자간을 연결하는 메칠렌쇄 등의 지방족이며, 여기에 카르보닐형 작용기의 도입이 진행되는 것으로 보이며, 이와 같은 중축합 반응 때문에 고온에서 용융되지 않고 형태를 유지하면서 탄화되는 것으로 보인다.

3.3. 탄소화 과정

Fig. 9에는 산화 안정화된 시료를 불활성 분위기하에서 700°C부터 1000°C까지 탄소화 시킨 시료들의 탄소화 수율을 나타냈다. 탄소화 수율은 700°C에서 약 60%였던 것이 900°C 이상에서는 40%로 고정되는 것을 알 수 있었다. 이것은 Fig. 6의 정전방사된 섬유들의 열중량 분석에서도 알 수 있듯이 탄소화에 의한 이중원소들의 계의 방출에 따른 중량감소의 결과로

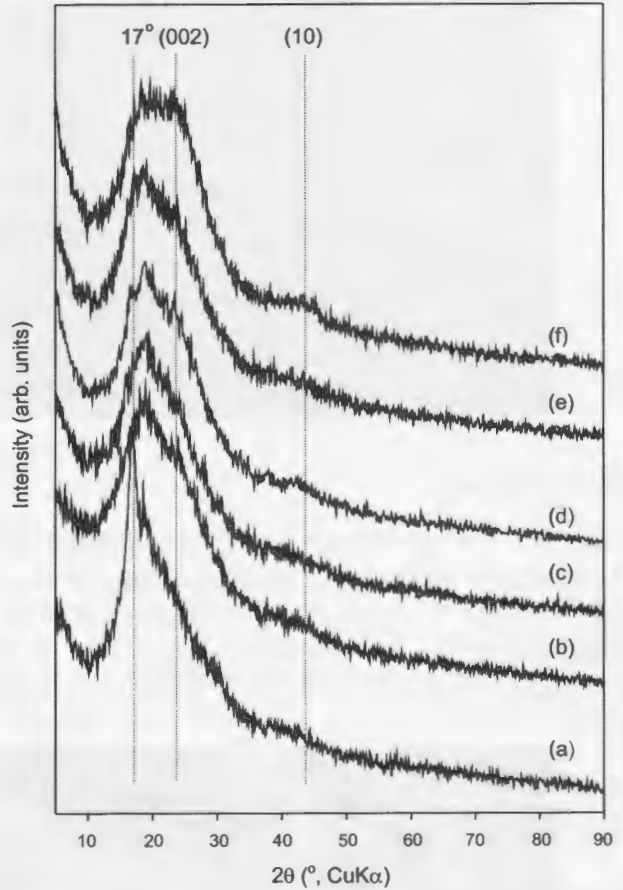
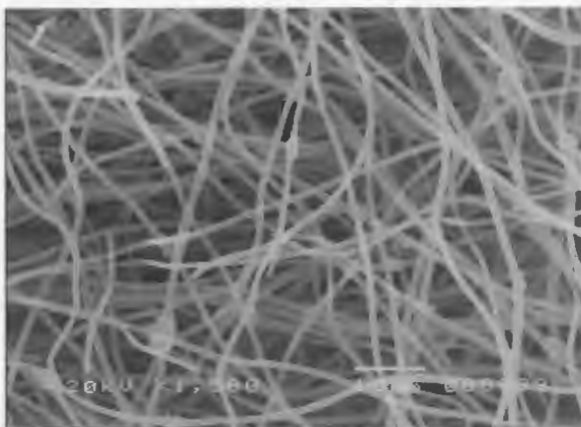


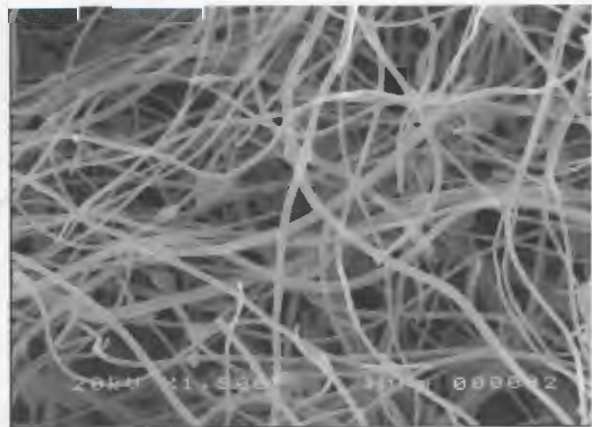
Fig. 10. X-ray diffraction patterns of the samples; (a) as-spun fiber (b) stabilized fiber, (c) 700°C, (d) 800°C, (e) 900°C, and (f) 1000°C.

생각된다. 탄소화 수율은 다음 식 (2)에 의해서 계산하였다.

$$\text{Carbonization yield} = \frac{\text{wt. \% of stabilized fiber} - \text{wt. \% of carbonized fiber}}{\text{wt. \% of stabilized fiber}} \times 100(\%) \quad (2)$$



(a)



(b)

Fig. 11. SEM micrographs of carbonized PAN nanofiber web, low magnification; (a) 700°C, (b) 800°C, (c) 900°C, and (d) 1000°C.

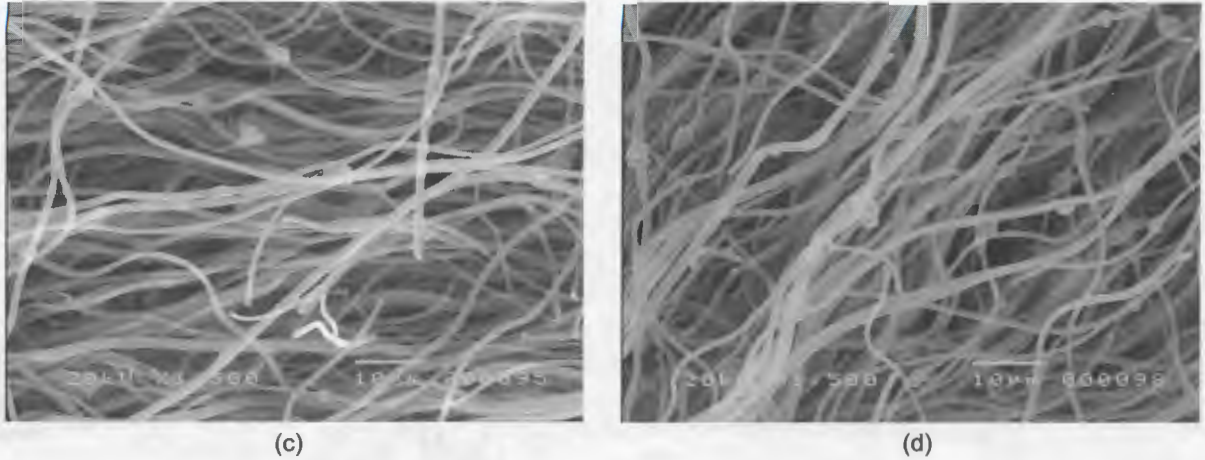


Fig. 11. Continued.

Fig. 10에는 정전방사된 섬유, 안정화 섬유, 탄소화된 섬유의 XRD 결과를 나타냈다. Fig. 10(a)의 경우, $2\theta = 17^\circ$ 부근에 PAN 나노섬유의 결정구조에 기인한 피크를 관찰할 수 있으며, 안정화 반응 및 탄소화 반응의 진행과 함께 $2\theta = 24^\circ$ 및 40° 부근에 PAN 구조의 방향족화에 기인한 흑연의 (002) 및 (10)

회절 피크를 관찰할 수 있다. 또한, 탄소화 온도가 증가함에 따라 PAN 고분자의 결정구조에 기인한 회절피크의 강도가 감소하고 흑연층의 결정 발달에 의한 (002) 회절피크 강도가 상대적으로 증가하는 현상을 볼 수 있으나 1000°C 까지도 PAN 섬유 본래의 결정구조가 남아 있는 것으로 보인다.

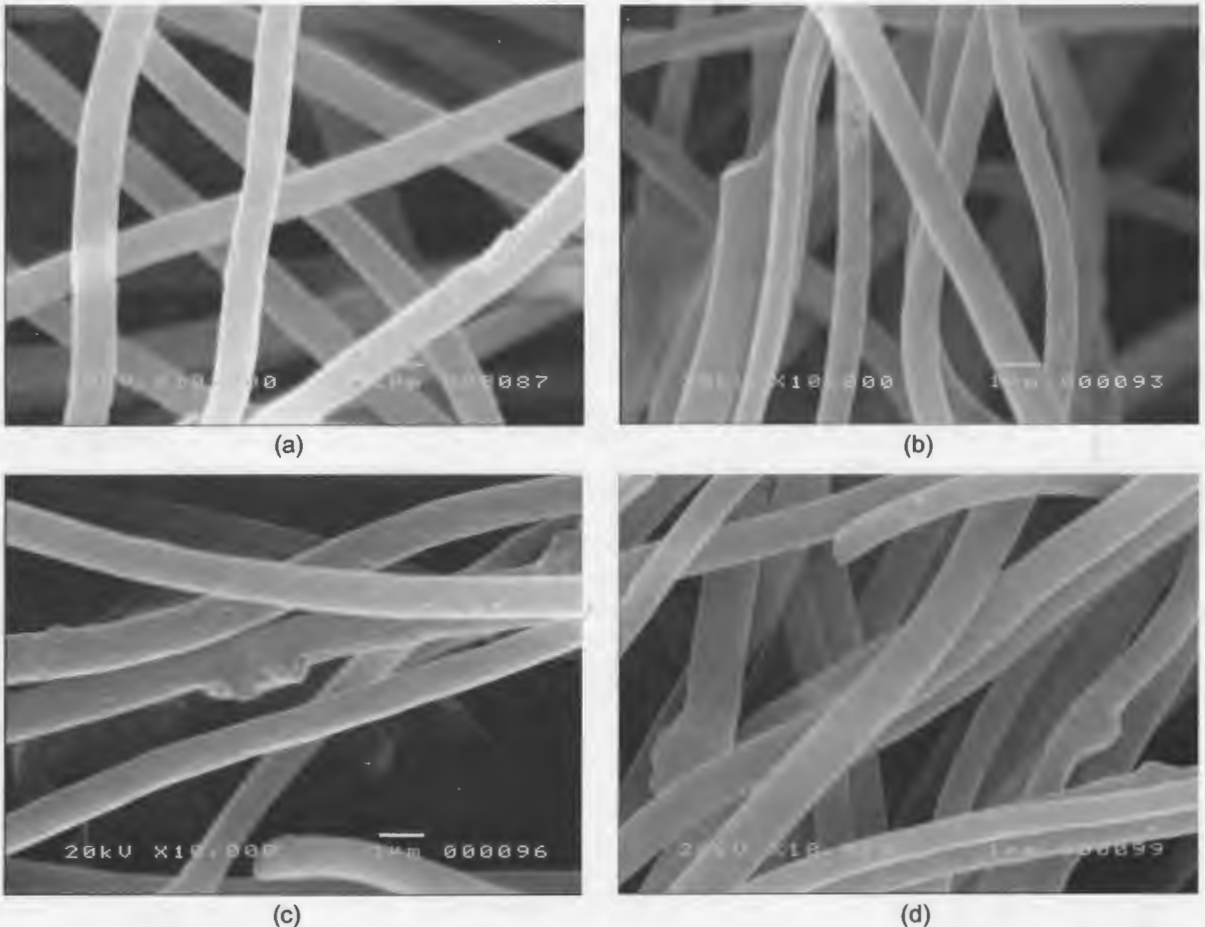


Fig. 12. SEM micrographs of carbonized PAN nanofiber web, high magnification; (a) 700°C , (b) 800°C , (c) 900°C , and (d) 1000°C .

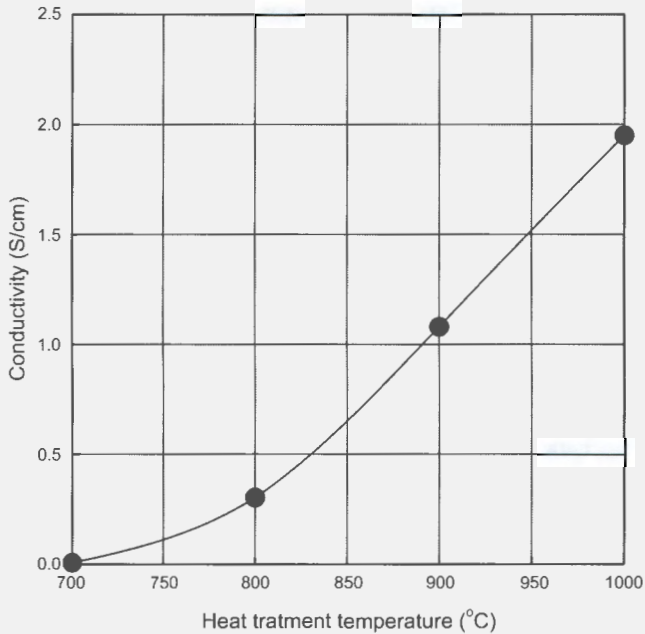


Fig. 13. Conductivity versus carbonization temperature of the electrospun PAN nanofiber web.

Fig. 11, 12에는 농도 20 wt.% 인가전압 20 kV에서 정전방사된 PAN 섬유를 안정화한 후, 불활성 분위기에서 700°C부터 1000°C까지 1시간씩 탄소화시킨 시료들의 SEM 사진이다. 사진에서 보는 바와 같이 섬유경은 대부분 1 μm 미만의 나노단위였으며, 방사시 섬유내 형성된 비드모양이 탄소화 후에도 남아있는 것을 알 수 있다. 탄소화된 시료를 확대한 사진(Fig. 12)에서는 산화안정화 반응시 용매의 휘발에 의해 형성된 세공들이 탄소화 처리후에도 섬유내에 남아 있는 것을 볼 수 있다.

Fig. 13에는 탄소화 온도 700°C부터 1000°C까지 처리한 탄소 나노섬유 웹의 벌크 전기전도성을 나타냈다. 700°C에서 처리된 시료의 경우, $6.8 \times 10^{-3} \text{ S/cm}$ 의 전기전도성을 보였으며, 1000°C에서 처리된 시료의 경우는 1.96 S/cm의 전기전도성을 나타내 700°C에서 처리한 시료에 비교해 약 1000배 정도의 전도성이 향상되는 것을 알 수 있다. 또한 그림에서와 같이 탄소화 온도의 증가와 함께 정전방사된 PAN 탄소섬유 웹의 전기전도성은 거의 직선적으로 증가함을 알 수 있다. 탄소섬유의 전기전도성 평가의 경우, 단섬유를 기준으로 평가하는 것이 일반적이거나 본 실험에서는 단섬유 채취가 곤란하여 부직포 상으로 평가하였다. PAN/DMF용액으로부터 제조한 나노흑연화 단섬유는 49,000 S/cm로 보고되었고[24], Lee[25] 등은 1000°C에서 탄화한 평균직경 16 μm PAN 섬유(Courtaulds Co.)의 전기 전도도는 300 S/cm로 보고하였다. 본 실험에서 측정된 PAN 탄소화 웹의 전기 전도도는 단섬유와 비교해 매우 낮은 값을 나타냈으나, 이것은 본 실험에 사용한 시료가 벌크상의 부직포상태여서 섬유간의 접촉 밀도가 낮고, 기공성이 크기 때문에 나타나는 현상으로 평가되며, 단섬유상과 직접적인

비교는 어려운 것으로 생각된다.

4. 결 론

탄소섬유 대표적인 전구체인 PAN을 DMF 용매에 용해하여 정전방사법에 의해 PAN 나노섬유 부직포를 제조한 다음 안정화, 탄소화하여 탄소섬유를 제조하고 구조 및 형태를 고찰한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

① 정전방사법에 의해 제조된 PAN 섬유의 평균직경은 200 nm에서 1 μm 범위였으며, 정전방사시 용액의 농도 및 인가전압에 의해 섬유경을 제어할 수 있었다.

② 산화안정화 반응의 활성점은 산화에 의한 나이트릴기의 감소와 축쇄 및 분자간을 연결하는 메칠렌쇄 등의 지방족이며, 여기에 카르보닐형 작용기의 도입이 진행된다고 판단되었다.

③ 정전방사에 의해 제조된 PAN 나노섬유 부직포의 탄소화 수율은 탄소화 온도 900°C 이상에서는 약 40%로 고정되는 것을 알 수 있었다.

④ 정전방사에 의해 형성된 PAN 나노섬유의 경우, 탄소화 온도 1000°C까지도 방사시 형성된 결정구조가 강하게 남아있는 것을 알 수 있었다.

⑤ 탄소화된 PAN 부직포의 벌크 전기전도성의 경우, 700°C에서는 $6.8 \times 10^{-3} \text{ S/cm}$, 1000°C에서는 1.96 S/cm으로 탄소화 온도 증가와 함께 거의 직선적으로 증가하는 것을 알 수 있었다.

감사의 글

“이 논문은 2002년도 한국학술진흥재단의 지원에 의하여 연구 되었음”(KRF-2002-002-D00103).

참고문헌

- [1] Otani, S.; Okuda, K.; Matsuda, H. “Carbon fiber”, Kindai Henshu Ltd., Tokyo, 1983, 100.
- [2] Inagaki, M.; Yoshiyama, Y. “New carbon materials”, Gihodoshuppan Co., Ltd., Tokyo, 1994, 33.
- [3] Yamada, S. “Science of carbon fiber”, Uchidaroukakuho Publishing Co., Ltd., Tokyo, 1995, 25.
- [4] Miyasyu, B. et al., JP. S62-33822 (1987).
- [5] Wiliam, S. et al., JP. S58-132079 (1983).
- [6] Iijima, S. *Nature* **1991**, 354, 56.
- [7] Endo, M. *CHEMTECH* **1988**, 18, 568.
- [8] Formhals, A. US Patent 1,975,504,1934
- [9] Doshi, J.; Reneker, D. H. *J. Electrostatics* **1995**, 35, 151.
- [10] Renecker, D. H.; Yarine, A. L.; Fong, H.; Koombhongse, S. *J. Applied Physics* **2000**, 909, 876.

- [11] Shin, Y. M.; Hohman, M. M.; Rutledge, G. C. *Applied Physic Letters* **2001**, 78, 149.
- [12] Fong, H.; Chun, I.; Renecker, D. H. *Polymer* **1999**, 40, 4585.
- [13] Gibson, P.; Schreuder-Gibson, H.; Pentheny, C. *J. Coated Fabrics* **1998**, 28, 63.
- [14] Jaworek, A.; Krupa, A. *J. Aerosol Sci.* **1999**, 30, 873.
- [15] Hohman Moses, M; Shin, Michael; Rutledge, Gregory, Brenner Michael P. *Physics of Fluids* **2001**, 13, 2201.
- [16] Hohman Moses, M; Shin, Michael; Rutledge, Gregory; Brenner, Michael P. *Physics of Fluids* **2001**, 13, 2221.
- [17] Taylor, G. I. *Proc Royal Soc Lond(A)* **1964**, 280, 383.
- [18] Clopeau, M.; Prunet-Foch, B. *J. Electrostatics* **1989**, 22, 135.
- [19] Shin, Y. M.; Hohman, M. M.; Brenner, M. P.; Rutledge, G. C. *Polymer* **2001**, 42, 9955.
- [20] Deitzel, J. M.; Kleinmeyer, J.; Harris, D.; Beck Tan, N. C. *Polymer* **2001**, 42, 261.
- [21] Kang, Y. S.; Kim, H. Y.; Ryu, Y. J.; Lee, D. R. *J. of the Korean Fiber Soc.* **2002**, 39, 14.
- [22] Deitzel, J. M.; Kleinmeyer, J.; Harris, D.; Tan, N. C. B. U.S. Patent, 6,110,590 (2000).
- [23] Kim, C.; Lee, S. H.; Kim, Y. M.; Yang, K. S. *Carbon Science* **2001**, 2, 170.
- [24] Wang, Y.; Serrano, S.; Santiago-Aviles, J. *J. Mater. Sci. Letters* **2002**, 21, 1055.
- [25] Lee, J. K.; An, K. W.; Ju, J. B.; Cho, B. W.; Cho, W. I.; Park, D. K.; Yun, K. S. *Carbon* **2001**, 39, 1299.