

산화반응에 의한 이방성 메조페이스 탄소섬유의 구조 변화(I) - TEM 및 XRD를 이용한 분석

노재승[†]

금오공과대학교 신소재시스템공학부

Structural Changes during Oxidation Process of Anisotropic Mesophase Carbon Fibers(I) - TEM and XRD Study

J. S. Roh[†]

School of Advanced Materials and Systems Engineering, Kumoh National University of Technology, Kumi 730-701

(2003년 5월 12일 받음, 2003년 11월 25일 최종수정본 받음)

Abstract Structural changes during oxidation of anisotropic mesophase carbon fiber(AMCFs) have been observed with TEM and XRD. It was shown that the AMCFs are three dimensionally stacked structure of turbostratic layers, and are non-homogeneous structure which consist of the highly ordered areas and the random areas. The d_{002} , Lc, and La of AMCFs which were measured by XRD were 3.44, 146, and 135 Å, respectively. It was observed that the oxidation initiated at the random areas, because the d_{002} decreased to the value of 3.41 Å during initial oxidation stage. It was also observed that the La of the oxidized AMCFs increased up to 182 Å during the whole oxidation process, and the d_{002} of that increases up to 3.44 Å when the burn-off is over the degree of 20%. Therefore, it was suggested that the micro-crystalline grew up by heat treatment effects during the fibers were oxidized. In addition, it was shown that there was difference in the measured value of La by XRD and TEM, in case of 39% oxidized fibers for example, the measured La was 165 Å by XRD and in the range of 180~220 Å by TEM.

Key words oxidation, TEM, XRD, anisotropic, mesophase, carbon fiber

1. 서 론

탄소섬유는 기계적 성질에 따라 초고강성섬유(강성율 > 450 GPa), 고강성섬유(강성율 > 350 GPa), 중강성섬유(강성율 > 200 GPa), 저강성섬유(강성율 < 100 GPa), 고인장섬유(강성율 > 3.0 GPa), 초고인장섬유(강성율 > 4.5 GPa) 등으로 분류한다. 또한 탄소섬유는 섬유의 구조와 관련된 흑연 결정의 배향도에 따라 Type I, II, III으로 분류한다.¹⁾ Type I은 2,000°C 이상에서 열처리된 섬유로써 흑연화도가 높고 고강성의 특성을 나타내며, Type II는 약 1,500°C 정도에서 열처리된 섬유로써 탄성계수는 작으나 고인장강도를 나타낸다. Type III의 섬유는 낮은 온도에서 제조된 섬유로써 결정립은 무질서하게 배열되어 있고 장범위 규칙성이 없어 기계적 특성이 좋지 않다.

이 중 고강성 탄소섬유는 높은 흑연화 특성을 나타내기 때문에 기계적, 전기적 그리고 화학적 특성 등을 좋게 한다. 이러한 모든 방면에서의 우수한 특성 때문에 항공우주 재료분야에 우수한 재료중의 하나로 고려되고 있다.²⁻⁴⁾

탄소섬유의 기계적, 전기적 특성은 섬유를 구성하는 결

정립의 구조인자에 의해 결정되는데, 구조인자⁵⁾로는 먼 간거리 d, 육각고리구조를 이루고 있는 탄소원자 평면 층의 적층된 수직높이로 표현되는 결정립 크기 Lc 그리고 탄소원자 평면 층의 길이로 표현되는 결정립 직경 La이며 이런 구조 인자의 지식은 탄소섬유의 특성뿐 아니라 흑연화, 탄소화, 가스화 등과 같은 다양한 제조공정을 이해하는데 매우 중요하다.

고강성 탄소섬유의 우수한 기계적 성질은 섬유를 구성하는 흑연층의 배향 때문이다. 탄소섬유는 흑연층은 turbostratic 구조를 갖고 있으며, 섬유길이방향으로의 배향도가 섬유의 기계적 성질(강성율)을 좌우한다. Schalman과 Bacon은 X-선 회절을 이용하여 섬유의 축방향에 대한 배향도를 구하였는데, 배향도가 25°인 탄소섬유의 Young율은 35 GPa이고, 5°인 섬유의 Young율은 560 GPa로써 매우 큰 차이가 남을 보고하였다.⁶⁾

특히 메조페이스 피치계 탄소섬유는 그 제조과정 중에 흑연 결정립의 용이한 배향으로 높은 이방성을 나타내어 초고강성 특성을 나타낸다. 피치를 가열하면 최초로 저분자량의 화합물들이 열분해되어 제거되고, 아주 작은 구형의 메조페이스가 형성된다. 이 메조페이스 상태를 용융방사하면 방사노즐의 전단응력 및 draw ratio에 의해 분자배향을 극대화시킴으로써 흑연층의 우선 배향성을 갖

[†]E-Mail : saturn34@hanmail.net

는 이방성 섬유를 제조할 수 있다. 또한 탄소섬유의 미세구조는 균일하지 않아서 단면중심에서 표면 쪽으로의 구조 불균일성을 갖는다. Johnson 등은 고강성 탄소섬유의 단면을 투과전자현미경으로 관찰한 결과에 의하면 섬유표면(skin)의 흑연결정립 배향도는 약 14°이지만 섬유중심(core)의 우선배향도는 26°임을 보고하였다.⁷⁾ 이것은 섬유의 축 방향으로 강도변화가 있다는 것을 의미한다. 즉, 섬유표면은 고강성이지만 섬유중심은 낮은 강성을을 나타낸다.

이렇게 탄소섬유의 기계적 성질은 섬유의 배향도 및 구조 불균일성과 밀접한 관계가 있으며, 이런 구조평가는 대부분 TEM, XRD, HRSEM, STEM, RAMAN 등의 분석기기를 이용하여 분석되며 특히 TEM과 XRD는 가장 보편화되어 있는 방법이다.⁸⁻¹¹⁾ 이 연구에서는 이방성을 갖는 고강성 메조페이즈 피치계 탄소섬유를 공기 및 CO₂ 중에서 산화반응 시킨 후 산화과정 중 발생하는 구조변화를 TEM과 XRD를 이용하여 조사 비교하였으며, 이후 산화반응 해석을 위한 기초자료로 이용하고자 하였다.

2. 실험 방법

2.1 원료

이 연구에서는 일본 Kasima Oil사의 HM-60 메조페이즈 피치계 탄소섬유를 원료섬유로 하였으며, 관상로를 이용하여 CO₂ gas로 등온산화반응 시켰다. Table 1에 HM-60섬유의 물리적 성질을 나타내었다. HM-60섬유의 직경은 7 μm이며 modulus가 584 GPa인 고강성 탄소섬유로써 복합재료의 보강재료에 많이 이용되는 섬유이다. Fig. 1은 HM-60 섬유의 주사전자현미경 사진으로써 섬유의 길이방향으로 texture를 보여주고 있다.

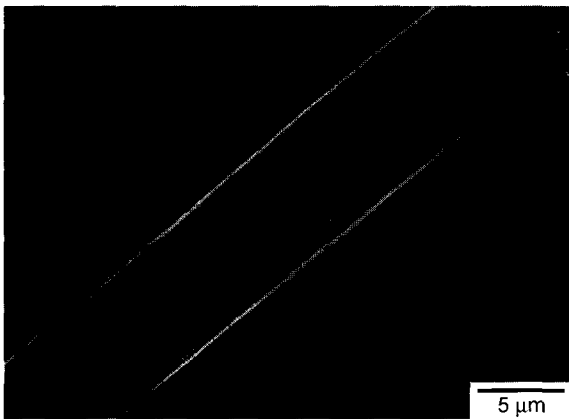


Fig. 1. SEM photograph of HM-60 fiber.

Table 1. Physical properties of HM-60 carbon fiber.

Filament diameter (μm)	Tensile strength (GPa)	Modulus (GPa)	Elongation (%)	Density (g/cm ³)
7.0	2.94	584	0.5	2.2

2.2 산화반응

산화반응은 원료섬유를 수평식 관상로에 장입하여 800°C 부터 1,100°C까지 반응온도를 변화시키며 등온산화시켰다. 반응기체로는 CO₂ gas를 이용하였으며, 반응기체의 유량은 0.4 l/min으로 균일하게 흘려주었다. CO₂ gas가 흐르는 반응관 내부의 온도가 반응온도에 도달하면 석영 boat를 이용하여 원료섬유를 반응관에 장입하였고, 반응관내에 일정시간 유지하여 산화시켰다. Burn-off는 섬유의 초기무게와 산화반응 후 무게를 비교하여 측정하였다.¹⁴⁾

2.3 분석

TEM 관찰을 위한 시편준비 및 XRD 측정방법은 이전에 보고한 내용과 같으며,^{12,13)} 구조인자를 구하기 위한 XRD 회절피크의 분석은 다음과 같은 순서로 진행하였다.

전체 2θ 범위에서 얻어진 회절피크에 대하여 Kα₂ 보정을 실시하였으며, 사용된 X-선 타겟의 파장(Cu-Kα)은 1.5406 Å이다. 평균 smoothing을 실시한 후 피크의 최고점에서 얻어진 회절각도로부터 Bragg 식을 이용하여 면간거리(d₀₀₂ 및 d₁₀₁)를 측정하였다. Smoothing된 각 피크의 base point를 직선으로 연결하여 백그라운드를 제거한 후 Lorentzian fitting으로 반가폭(FWHM)을 구하였으며, 이 때 fitting 정확도는 002 피크의 경우 0.99 이상이었으며, 101 피크는 0.96 이상이었다. 피크 fitting을 위한 2θ구간은 002 피크의 경우 22°~32°이었고, 101 피크는 38°~48°이었다. Lc 및 La는 Scherrer 식을 이용하여 구하였다.¹⁵⁾

3. 결과 및 고찰

3.1 TEM 관찰

Fig. 2는 HM-60 섬유의 횡단면을 TEM으로 관찰한 SADP 결과이다. (a)와 (b)는 산화 전 원료섬유의 SADP 이고, (c)와 (d)는 900°C에서 39% burn-off된 섬유의 SADP이다. HM-60섬유는 이방성 섬유이기 때문에 전자 회절에 의한 각 면의 구분은 비교적 용이하였다. Fig. 2의 (a) 회절도형에서 002 및 004 회절면이 잘 나타난 것으로 보아 흑연 층의 배향이 발달되어 있음을 알 수 있으며, 100면과 101면은 구분하기 어려운 것으로 보아 각 흑연 층은 turbostratic 구조를 갖고 있음을 알 수 있다. 또한 112면의 회절이 뚜렷하게 나타난 것으로 보아 HM-60섬유의 3차원적 흑연구조를 확인할 수 있다. Fig. 2(b)는 원료섬유의 다른 부분을 관찰한 SADP결과로써 HM-60섬유에는 거의 배향이 덜된 부분도 존재함을 알 수 있으며, 이런 불균일 구조는 산화된 섬유에서도 관찰되었다.

Fig. 2의 (c)와 같이 39 % burn-off된 섬유도 원료섬유에서 관찰된 것과 유사한 회절도형을 나타내어 3차원적 turbostratic 구조가 잘 배향된 구조를 나타내었다. 또

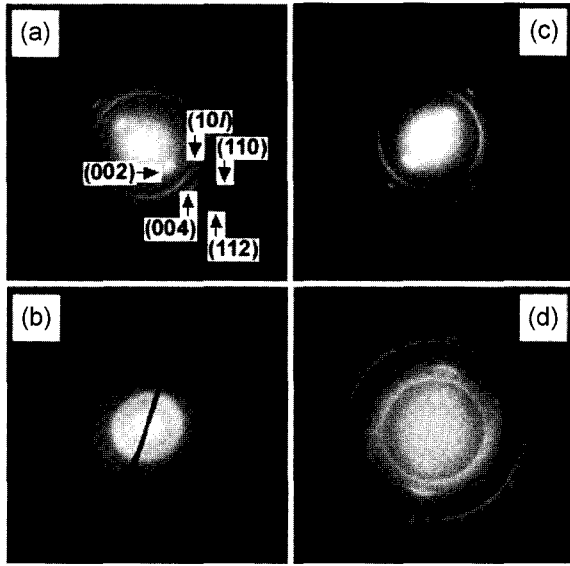


Fig. 2. SADP patterns of HM-60 fiber: Before oxidation (a, b) and after oxidation (c, d).

한 산화된 섬유는 원료섬유에서 관찰되었던 ring pattern은 관찰되지 않았으나 (d)와 같이 회절선이 넓게 퍼져 있는 부분도 관찰되어 여전히 배향성이 떨어지는 random 영역이 존재함을 알 수 있다.

이러한 메조페이스 피치계 탄소섬유의 불균일 구조는 여러 연구자들에 의해 보고되어 왔다. S. Lu 등은 메조페이스 피치계 탄소섬유의 불균일 구조의 원인이 섬유 중앙의 불충분한 탄화 때문에 발생한다고 하였다.¹⁶⁾ 메조페이스 피치를 용융방사 후 안정화 공정은 산화성분위기의 확산제어과정이기 때문에 산소원자가 섬유중앙으로 확산해 들어가고, 중앙의 메조페이스 도메인은 주위의 더 안정화된 겹질에 의해 둘러 쌓이기 때문에 sheath-core 구조를 나타낸다고 보고하였다. 또한 Mochida 등은 SEM과 STM 관찰을 통하여 탄소섬유를 구성하는 성분들에 대하여 보고하였다.³⁾ 탄소섬유 구성은 그 크기 순으로 흑연 002면, 흑연구조단위 그리고 미세 섬유(microfibril)로 구성되어 있으며, 미세 섬유는 'pleat unit'으로 나뉘어져 있고 이런 기본 단위들은 섬유제조과정 중에 도입되며 그 주위에 항상 결함을 갖고 있다고 보고하였다.^{3,17)}

따라서 메조페이스 피치계 탄소섬유는 근본적으로 구조 불균일이 존재하며, 이 실험의 SADP 관찰로부터 HM-60 섬유 또한 결정질 및 비 결정질을 포함한 불균일한 미세구조로 구성되어 있음을 알 수 있다. 이러한 원료섬유 및 산화섬유의 불균일한 미세구조는 격자영상관찰로 분명하게 확인할 수 있다.

Fig. 3은 여러 영역에서 관찰한 HM-60섬유의 002 격자영상으로써 섬유내부의 다양한 미세구조를 크게 3개의 영역으로 구분하였다. 격자영상 사진에서 알 수 있듯이 Fig. 3(a)는 002면의 배향이 잘 발달되어 있는 부분으로써 흑연결정 주위를 배향이 덜 된 부분으로 둘러싸여 있다. Fig. 3(b)는 비교적 적층이 잘된 002면을 확인할 수

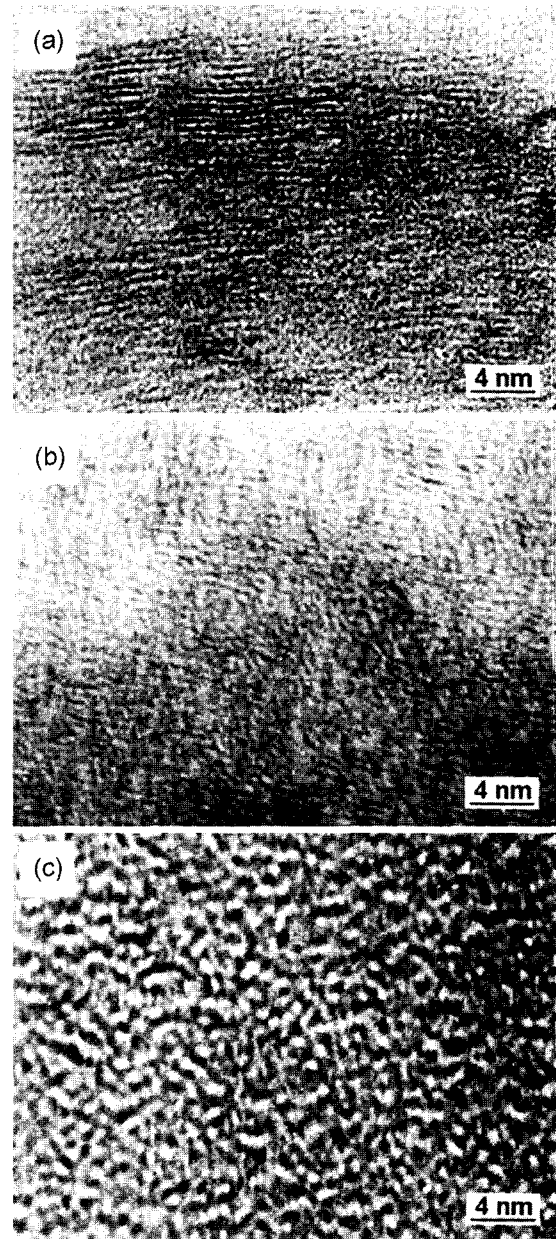


Fig. 3. TEM photographs of HM-60 fiber: Highly ordered area (a), partially ordered area (b), and random area (c).

있으나 전체적으로 격자는 구부러지고 휘어져 있는 turbostratic 구조를 보이고 있다. 또한 Fig. 3(c)는 (a) 및 (b)와는 아주 다른 영역으로써 결정질에서 상당히 떨어져 있는 구조를 보이고 있다. 사진에서 (c)영역은 전체적으로 많은 기공을 함유하고 있는 것을 알 수 있다.

Fig. 4(a)는 900°C에서 39% burn-off된 섬유의 횡단면을 관찰한 002 격자영상으로써 흑연에 가까운 결정립 배향을 나타낸 영역이다. 사진에서 002층은 매끄러운 적층 상태를 보이며 최대 La는 약 180~220 Å이고, Lc는 약 110~140 Å이다. Fig. 4(b)는 같은 섬유의 다른 영역으로써 흑연화 배향이 덜된 부분이다. 002 층은 휘어져 있고 서로 연결되어 있지 않으며, 002 층간 거리도에 비하여 상당히 떨어져 있다.

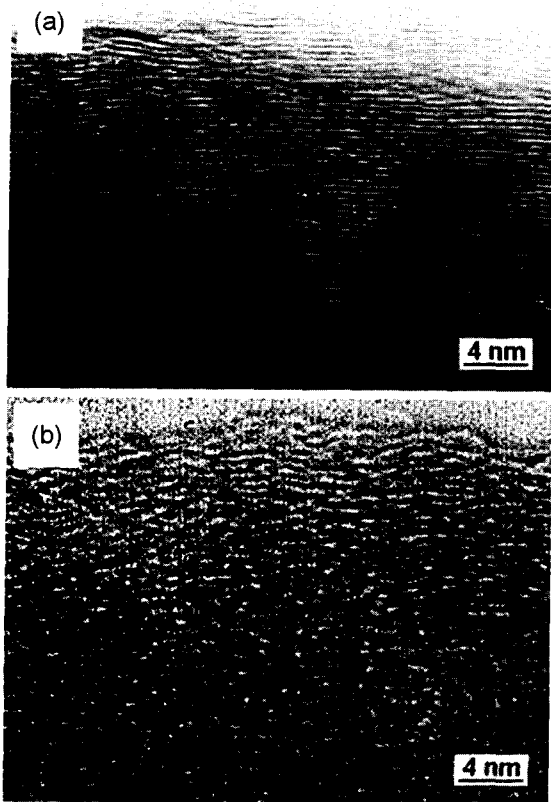


Fig. 4. TEM photographs of oxidized fiber: Highly ordered area (a) and partially ordered area (b).

3.2 X-선 회절에 의한 분석

Fig. 5는 HM-60 원료섬유의 X-선 회절 패턴으로써 002 피크가 분명하게 나타나고 있고, 2θ 위치는 25.92로써 섬유를 구성하는 결정립은 흑연화가 잘 발달되어 있음을 알 수 있다. 또한 피크의 퍼짐 현상이 거의 없는 것으로 보아 결정립은 상당히 클 것으로 추정되며, 피크의 baseline이 비교적 평평하고 매우 낮은 위치를 나타내고 있어 전체 섬유의 결정화도도 매우 높음을 알 수 있다. Fig. 5의 오른쪽에는 101 피크를 확대하여 나타내었는데 100면과 101면의 피크는 분해되지 않은 것으로 보아 섬유는 대부분 turbostratic 구조를 이루고 있음을 알 수 있다. 따라서 HM-60 섬유는 흑연화가 잘 발달된 결정립을 갖고 있으나 섬유 전체적으로는 turbostratic 구조를 나타내고, 내부에 많은 결함이 존재한다는 것을 확인할 수 있었다.

Fig. 6과 7은 burn-off에 따른 면간거리 및 결정립 크기변화를 나타낸 그래프이며, Table 2에 그 값을 정리하였다. Fig. 6의 그래프에서 볼 수 있듯이 burn-off가 진행됨에 따라 002면과 101면의 면간거리는 아주 미미하지만 감소하였다가 점차 증가하는 경향을 나타내었다. 원료섬유의 d_{002} 는 3.44 Å이 얻어졌고, d_{101} 는 2.12 Å이었다. 원료섬유의 측정된 d_{002} 값은 흑연결정의 3.35 Å보다 크지만 천연흑연을 제외한 각종 탄소재료의 002 면간거리가 3.4~4.8 Å인 점을 감안하면 흑연결정에 가까

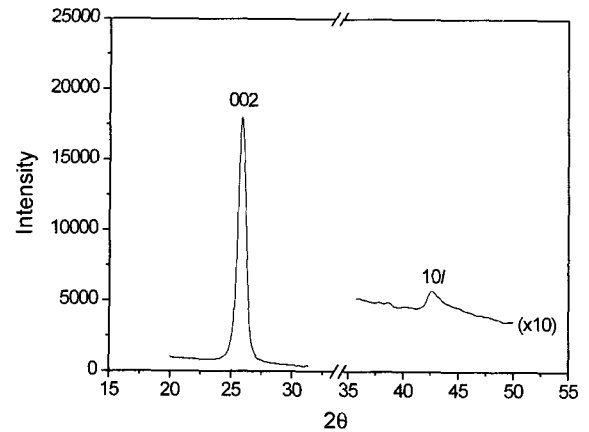


Fig. 5. XRD spectra of the HM-60 fiber.

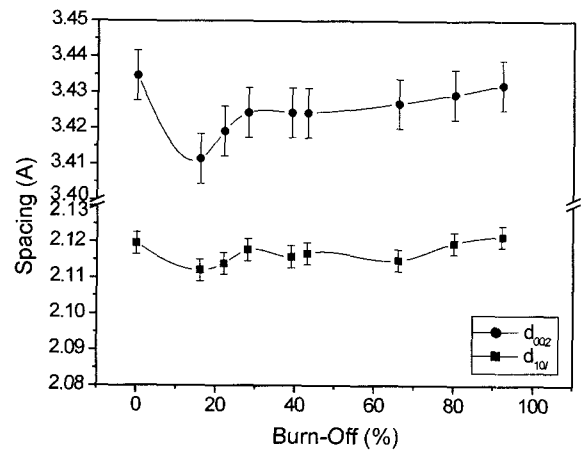


Fig. 6. d_{002} and d_{101} changes of HM-60 fiber and oxidized fibers.

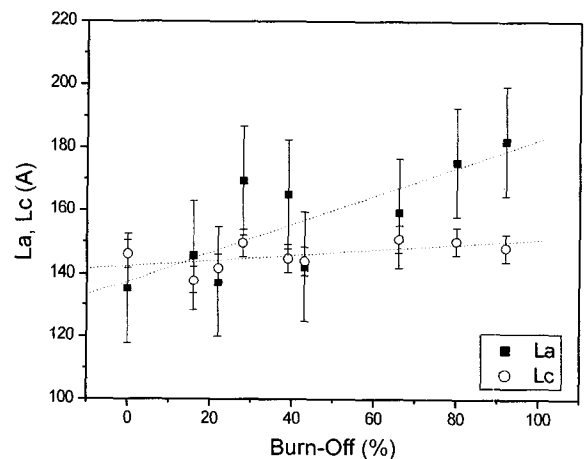


Fig. 7. Lc and La changes of HM-60 fiber and oxidized fibers.

운 값이다.^{4,8,9,18)} 산화초기에 두 면의 거리감소는 섬유에 존재하는 비 결정질 부분이 먼저 제거되기 때문으로 판단된다. 이렇게 산화에 의해 비 결정질 부분이 먼저 제거된다면 면간거리는 계속해서 감소해야 하지만 산화가 더 진행되어 16% burn-off 이후에 면간거리가 다시 증

Table 2. Structural parameters of HM-60 carbon fibers as a function of burn-offs.

Burn-off (%)	Oxidation Temperature (°C)	d_{002} (Å)	d_{101} (Å)	Lc (Å)	La (Å)
0	1,100	3.44	2.12	146	135
16	1,100	3.41	2.11	138	146
22	900	3.42	2.11	142	137
28	1,100	3.42	2.12	150	169
39	900	3.42	2.12	145	165
43	1,100	3.42	2.12	144	142
66	1,100	3.43	2.12	151	159
80	1,100	3.43	2.12	150	175
92	1,100	3.44	2.12	148	182

가하고 있다. 한편 Fig. 7의 그래프에서 원료섬유의 Lc 및 La는 146 Å 및 135 Å으로 측정되었다. 산화반응 후 66 % burn-off된 섬유의 Lc는 151 Å으로 원료섬유보다 약간 증가하였지만, La는 92% burn-off된 섬유의 경우 182 Å으로 측정되어 그 증가폭이 매우 크게 나타났다.

이렇게 16% burn-off 이후 002 면간거리가 증가하고, 산화반응 전반에 걸쳐 La가 크게 증가하는 현상은 섬유의 산화반응과 함께 열처리가 일어나기 때문에 발생한다고 판단된다. Lu 등은 섬유중앙의 불충분한 탄화 때문에 메조페이즈 피치계 탄소섬유는 sheath-core 구조를 갖는다고 하였다.¹⁶⁾ 또한 이전의 보고에서,^{12,13)} 등방성 섬유는 산화과정 중에 열처리가 일어나 구조변화가 심해진다고 보고하였다. 이 연구의 산화반응 실험에서 900°C 39%의 burn-off를 일으키기 위해서는 720분이나 소요되었다.¹⁴⁾ 따라서 HM-60 섬유는 산화반응 중 열처리효과에 의한 결정립 성장이 일어날 수 있으므로 La가 증가된다고 판단되며, 결정성장이 일어나는 부분의 흑연 결정성이 나쁘다면 면간거리는 증가할 것으로 판단된다.

3.3 TEM과 XRD분석 결과비교

TEM 및 XRD 분석결과로부터 HM-60 섬유는 turbostratic의 3차원적으로 적층된 흑연 결정립으로 구성된 섬유라는 것을 확인할 수 있었다. TEM과 XRD 분석결과는 섬유의 거시적인 구조해석에 같은 경향을 나타낸 것으로 보이지만 결정립 크기 측정에 약간의 오차를 보이고 있다. 39% burn-off된 섬유의 TEM으로부터 관찰되는 La 및 Lc는 각각 180~220 Å과 110~140 Å이 얻어졌으며(Fig. 4(a)), XRD로부터 각각 165 Å과 145 Å을 나타내었다(Fig. 7). 물론 이렇게 TEM 결과가 크게 측정되는 현상은 피치계 탄소섬유의 불균일한 미세구조 때문으로 생각할 수도 있지만 여러 부위에서 얻은 영상사진에서 커다란 결정립에 대하여 측정된 값을 감안하면 다른 요인을 생각해 볼 수 있다.

TEM과 XRD는 탄소재료의 구조해석에 가장 널리 이용되는 분석기기이지만 두 기기의 신호검출방법이 다르기 때문에 근본적인 차이가 발생한다는 것을 많은 연구자들은 보고하고 있다.^{8,9,19)} Table 3은 동일탄소재료를 TEM과 XRD로 분석하였을 경우 구조인자가 다르게 얻어지는 결과를 보여주는 자료이다. Kovalevski는 30종 이상의 여러 탄소물질에 대한 구조해석을 시도하여 XRD와 TEM의 분석결과 차이를 보고하였으며,⁹⁾ Sharma는 XRD로 측정된 La가 TEM으로 측정된 값보다 3배 정도 큰 결과를 보고하였다.⁸⁾ 또한 Dobb은 TEM으로 구한 평균 탄소 원자층의 길이(즉 La)는 항상 XRD보다 작게 나온다고 보고하였다.⁸⁾ 이와 같은 보고에서 나타난 바와 같이 구조인자 중 특히 La값이 더 큰 차이를 나타냄을 알 수 있는데, Bourrat은 9종의 카본블랙에 대한 구조인자를 TEM과 XRD로 분석하여 결정립 크기에 따른 La 변화를 비교하여 보고하였다.¹⁹⁾ Bourrat은 TEM 격자영상으로 얻은 직선을 이루고 있는 탄소원자 층(coherent layer)의 길이를 L_1 으로 정의하였고, 전통적인 Scherrer 식에 의해 측정되는 La는 직선을 이루지 못하는 탄소원자 층(distorted layer)의 길이로써 L_2 로 정의하여 항상 L_1

Table 3. Comparison of structural parameters between TEM and XRD from references.

Sample	TEM			XRD			Ref.
	d_{002} (Å)	Lc(Å)	La(Å)	d_{002} (Å)	Lc(Å)	La(Å)	
Anthracite, A	3.4-4.2	16	21	3.48	14	26	
Anthracite, B	3.4-4.1	16	28	3.51	12	26	
Anthracite, C	3.5-4.2	12	19	3.48	14	23	8
Carbon, A	3.4-3.6	18	37	3.47	19	45	
Carbon, B	3.3-3.8	19	47	3.45	33	10	
Carbonized char, A	3.8	-	11	3.8	-	36	
Carbonized char, B	3.8	-	13	3.7	-	38	7
Carbon Fiber, A	-	-	18.2	-	59	74	
Carbon Fiber, B	-	-	19.5	-	26	59	
Carbon Fiber, C	-	-	11.4	-	17	52	9
Carbon Fiber, D	-	-	14	-	25	59	
Carbon Fiber, E	-	-	>24	-	225	186	

보다 크게 측정됨을 확인하여 보고하였다. Bourrat은 보고에서, TEM으로 측정된 결정립 길이 L_2 가 50 Å 이상일 경우 흑연구조의 미세결정립(crystallite)은 L_1 의 길이를 갖는 coherent domain 층이 서로 휘어져 연결되어 있으며, 따라서 XRD로 측정되는 L_a 는 TEM 격자영상으로 측정되는 결정립 길이와 다를 수 있다고 보고하였고 특히 불균일 구조를 갖는 탄소재료의 경우 두 기기의 분석결과는 더욱 멀어진다고 하였다. 실제 Fig. 4(a)의 TEM으로 관찰한 영상을 보면 평평한 탄소원자 층이 이웃하는 층과 약간 휘어져 연결되어 있는 부분을 관찰할 수 있다. 따라서 이 연구에서 나타난 XRD와 TEM으로 측정된 L_a 값의 차이는 측정기기의 차이 때문인 것 외에 TEM 측정의 경우 분석자에 따라 달라질 수 있는 요인도 많다고 생각되며, 원료섬유가 피치계 탄소섬유로써 불균일한 미세구조를 갖고 있기 때문에 그 차이는 더 심해질 수 있음을 알 수 있다. Bourrat가 제안한 방법으로 Fig. 4(a)에서 L_a 를 구해보면, L_1 은 약 60 Å으로 보이며, 최대 L_2 는 약 180 Å으로 보인다.

4. 결 론

메조페이스 피치계 탄소섬유인 HM-60섬유를 CO₂ gas 중에서 산화 반응시킨 후 TEM과 XRD를 이용하여 구조변화를 관찰한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

HM-60 섬유는 흑연 층이 turbostratic의 3차원적으로 적층된 큰 결정립으로 구성된 섬유라는 것을 확인할 수 있었으며, TEM으로 관찰된 원료섬유는 흑연화가 발달된 영역과 비 결정질이 함께 존재하는 불균일한 구조로 구성되어 있었다.

XRD로 측정된 원료섬유의 002 면간거리는 3.44 Å이었고, L_c 및 L_a 는 각각 146 Å과 135 Å을 나타내었다. 산화초기에 002 면간거리는 3.41 Å로 감소하여 비 결정질 영역이 우선 산화되는 것으로 판단되었으며, 산화반응이 계속되면 면간거리는 3.44 Å으로 다시 증가하였다. 산화된 섬유의 L_a 는 최고 182 Å까지 증가하여 열처리 효과에 의한 결정립 성장이 가능함을 알 수 있다.

많은 연구자들이 보고한 바와 같이 TEM으로 측정된

결정립 크기는 XRD로 측정된 값과 많은 오차가 발생하였다. 39 % burn-off된 섬유의 L_c 및 L_a 는 TEM으로 측정했을 경우 110~140 Å 및 180~220 Å을 나타내었고, XRD로 측정했을 경우 145 Å과 165 Å이 얻어졌다.

참 고 문 헌

1. J. B. Donnet and R. C. Bansal, Carbon Fibers 2nd ed., 8, Marcel Decker, inc.(1990)
2. M. Endo, C. Kim, T. Kasai, M. J. Mathews, S. D. M. Brown, M. S. Dresselhaus, T. Tamaki and Y. Nishimura, Carbon, **36**, 1633 (1998).
3. S. H. Hong, Y. Korai and I. Mochida, Carbon, **38**, 805 (2000).
4. M. A. Montes-Moran, R. J. young, Carbon, **40**, 845 (2002).
5. H. Marsh and Francisco Rodriguez Reinoso, Science of Carbon Materials, 8, Universidad de Alicante, Alfredo Candela (2000).
6. J. B. Donnet and R. C. Bansal, Carbon Fibers 2nd ed., 8, Marcel Decker, inc.(1990).
7. J. B. Donnet and R. C. Bansal, Carbon Fibers 2nd ed., 128, Marcel Decker, inc.(1990).
8. A. Sharma, T. Kyotani and A. Tomita, Carbon, **38**, 1977 (2000).
9. V. V. Kovalevski, P. R. Buseck and J. M. Cowley, Carbon, **39**, 243 (2001).
10. O. Senneca, P. Salatino and S. Masi, Fuel, **77**, 1483 (1998).
11. R. M. Busyin, J. N. Rouzaud and J. V. Ross, Carbon, **33**, 679 (1995).
12. J. S. Roh, Korean J. Materials Research, in press (2003).
13. J. S. Roh, Korean J. Materials Research, in press (2003).
14. J. S. Roh and D. S. Suhr, Korean J. Materials Research, **7**, 121 (1997).
15. J. Biscoe, B. E. Warren, Journal of Applied Physics, **13**, 364 (1942).
16. S. Lu, C. Blanco and B. Rand, Carbon, **40**, 2109 (2002).
17. S. H. Hong, Y. Korai and I. Mochida, Carbon, **34**, 86 (1996).
18. M. G. Dobb, H. Guo, D. J. Johnson and C. R. Park, Carbon, **38**, 1553 (1995).
19. X. Bourrat, Carbon, **31**, 287 (1993).