

기능화된 탄소나노튜브의 카르복실산이 전기방사된 폴리아크릴로니트릴 섬유의 물성에 미치는 영향

박옥경*** · 김주형**** · 이성호*** · 이종희* · 정용식** · 김준경*** · 구본철***,†

* 전북대학교 BIN융합공학과, ** 전북대학교 유기소재파이버공학과, *** 한국과학기술연구원 복합소재기술연구소
(2011년 3월 22일 접수, 2011년 4월 27일 수정, 2011년 5월 2일 채택)

Effect of Carboxylic Acid Group of Functionalized Carbon Nanotubes on Properties of Electrospun Polyacrylonitrile (PAN) Fibers

Ok-Kyung Park****, Ju-Hyung Kim****, Sungho Lee***, Joong Hee Lee*,
Yongsik Chung**, Junkyung Kim***, and Bon-Cheol Ku***,†

* Department of BIN fusion Technology, Chonbuk National University,
Duckjin-dong 1Ga, 664-14, Jeonju, Jeollabuk-do 561-756, Korea

** Department of Organic Materials and Fiber Engineering,

Chonbuk National University, Duckjin-dong 1Ga, 664-14, Jeonju, Jeollabuk-do 561-756, Korea

*** Institute of Advanced Composites Materials, Korea Institute of Science and Technology,

864-9 Dunsan-ri, Bongdong-eup, Wanju-gun, Jeollabuk-do 565-902, Korea

(Received March 22, 2011; Revised April 27, 2011; Accepted May 2, 2011)

초록: 다중벽 탄소나노튜브(MWNT)의 표면이 산성기로 처리된 MWNT가 polyacrylonitrile(PAN) 섬유의 열적, 기계적 물성에 미치는 영향을 알아 보고자 질산, 황산으로 처리한 MWNT(O-MWNT)를 디아조늄염 반응을 이용하여 MWNT 표면에 이소프탈산(isophthalic acid)을 추가로 도입하였다. O-MWNT와 비교하여 볼 때 이소프탈산으로 처리된 MWNT(IPA-MWNT)가 극성용매 내에서 더 우수한 분산 안정성을 나타내었으며 이를 호모 PAN과 혼합하여 필름을 제조한 후 공기 중에서 열안정화 반응을 모사하였을 때 호모 PAN과 비교시 발열량이 감소하였다. PAN 공중합체와 IPA-MWNT를 혼합한 용액을 전도성 수조 콜렉터를 이용하여 전기방사를 한 결과 연속상의 배향된 섬유제조가 가능하였다. 1 wt%의 IPA-MWNT를 포함한 연속상의 전기방사된 PAN 섬유는 순수한 PAN 섬유와 비교하여 볼 때 인장강도가 100% 증가하였으며, 탄성률은 160% 증가되었다.

Abstract: To study the effects of the acid group of functionalized MWNT (multiwalled carbon nanotube) on the thermal and mechanical properties of polyacrylonitrile(PAN) nanofibers, acid (H₂SO₄/HNO₃) treated MWNT (O-MWNT) were further functionalized by diazonium salt reaction with 5-aminoisophthalic acid (IPA). Compared to O-MWNT, IPA-MWNT with isophthalic acid group showed a better dispersion stability in polar solvents and IPA-MWNT/PAN composite film displayed lower heat of reaction (ΔH) than that of homo PAN when stabilized under air atmosphere. The continuous electrospun fibers were prepared using a conductive water bath. PAN fibers containing 1 wt% of IPA-MWNT showed an increase of tensile strength by 100% and tensile modulus by 240% compared to the PAN fibers without IPA-MWNT.

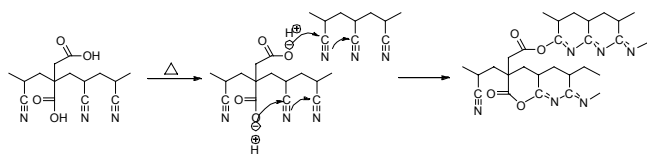
Keywords: polyacrylonitrile, carbon nanotubes, carbon fibers, electrospinning, mechanical properties.

서 론

Polyacrylonitrile(PAN)은 우수한 인장강도 때문에 탄소섬유의 전구체로 널리 사용되는 물질이다. 탄소섬유는 무게대비 우수한 강도와 높은 강성을 가지기 때문에 우주, 항공분야, 자동차 산업분야 및 국방분야 등에서 요하는 고성능 복합재료로의 응용으로 주목받고 있다.¹ MWNT(탄소나노튜브)는 재료자체의 우수한 기계적 강도, 높은 전기 전도성 및 열

안정성을 가지는 물질로서 PAN 전구체에 보강제로 첨가시, 제조된 섬유의 인장강도와 탄성률을 동시에 향상시켜 고성능의 섬유를 제조할 수 있을 것으로 알려져 있다.^{2,3} 이러한 장점에도 불구하고 MWNT는 서로간의 반데르발스 힘(van der Waals force) 때문에 서로 응집이 되고, PAN 전구체의 용매로 사용되는 N,N'-dimethylformamide (DMF) 또는 dimethylsulfoxide (DMSO)와 같은 극성 용매 안에서 균일한 분산상을 형성하지 못한다는 문제점을 가진다. MWNT를 탄소섬유 전구체 고분자에 첨가해 복합섬유고분자 수지를 제조할 때 MWNT가 고분자 수지 안에서 균일한 분산상을 형성하지 못하면 MWNT가 응집된

†To whom correspondence should be addressed.
E-mail: cnt@kist.re.kr



Scheme 1. Cyclization in PAN initiated through ionic mechanism.⁹

부분에 응력집중 현상이 발생하고, 결과적으로 탄소섬유의 기계적 강도가 떨어지는 현상을 초래한다.⁴ 따라서 본 연구에서는 carboxylic acid 그룹을 가지는 작용기를 diazonium salt^{5,6} 반응을 통해 MWNT의 표면에 도입시켜 극성용매 안에서의 MWNT의 분산성을 향상시키고자 하였다.^{7,8} 또한, 도입된 carboxylic acid 그룹은 itaconic acid와 같은 공단량체를 가진 공중합체에서처럼 호모 PAN의 니트릴 그룹의 고리화 반응(cyclization)을 유도하며(Scheme1) 이 때 발생하는 발열량을 줄임으로써 탄소섬유의 질사를 줄일 수 있어 제조된 탄소섬유의 기계적 강도를 향상시킬 수 있을 것으로 고려된다.^{9,10}

고강도의 탄소섬유를 제조하기 위해서는 섬유의 직경, 구조적 결합분포, 섬유의 배향, 형태적인 균일성 등이 고려되어야 하는 것으로 알려져 있다.¹¹ 전기방사를 이용한 나노섬유 제조는 이러한 점들을 고려해 볼 때 고강도 섬유를 제조할 수 있는 방법으로 생각된다. 전기방사는 섬유의 직경을 수십 나노에서 수백 나노미터 사이까지 조절이 가능하며 섬유의 표면이 매끄러워 형태적인 결합이 적은 것으로 알려져 있다. 또한, 섬유 직경이 작아 통상적으로 마이크로 섬유의 열처리에서 발생하는 불균일 구조인 코어-셸 구조가 생기지 않아 섬유의 내부까지 열이 고르게 전달되어 탄소섬유 제조 후 강도가 향상될 수 있는 장점이 있다. 또한 고강도의 섬유를 제조하기 위해서는 섬유의 배향성도 고려해야 한다. 지금까지 나노섬유의 배향성을 향상시키기 위해 콜렉터를 고속으로 회전시키는 방법,¹² 평행한 전극을 이용하는 법,¹³ 수조를 이용한 방법^{14,15} 등이 연구되어 왔다. 하지만 대부분의 경우 제조된 섬유는 배향의 정도만 다를 뿐 밴드 형태의 웹섬유라고 할 수 있다.¹⁶⁻¹⁸ 이와 같은 웹상태의 부직포는 필터, wound dressing 또는 tissue scaffolds 등에 적용 가능하나 상업적인 섬유산업에 적용되기 위해서는 연속상의 배향된 섬유의 제조가 요구된다. 연속상의 섬유를 제조하기 위한 시도는 여러가지 방법으로 이루어져 왔다.^{14,15,19,20}

본 연구에서는 배향성이 높은 연속상의 고강도 탄소나노섬유를 제조하기 위하여 섬유를 콜렉터 드럼에 직접 방사하는 것이 아닌 노즐에서 물로 방사하여 콜렉터로 이동하도록 하는 방법을 이용하였다. 본 연구에서 사용한 연속식 섬유 제조공정은 웹 형태가 아닌 번들 형태이기 때문에 섬유의 배향성이 증가하고 안정화, 탄화의 연속 후 공정에 적합하기 때문에 상업화 공정에 더욱 근접할 수 있을 것으로 여겨진다.

실 험

재료. MWNT는 벨기에의 Nanocyl사에서 구입한 Nanocyl13100 (직경: 9 nm)을 사용하였다. MWNT의 표면을 개질하기 위해 질산(60%, PFP Matunoen chemicals Ltd)과 황산(97%, PFP Matunoen chemicals Ltd, Japan) 그리고 5-aminoisophthalic acid(TCI, Japan)를 사용하였다. 미반응물을 제거하는 세척액과 PAN의 용매로 DMF(99%, Samchun Pure Chemical Co., Korea)를 사용하였으며, 방

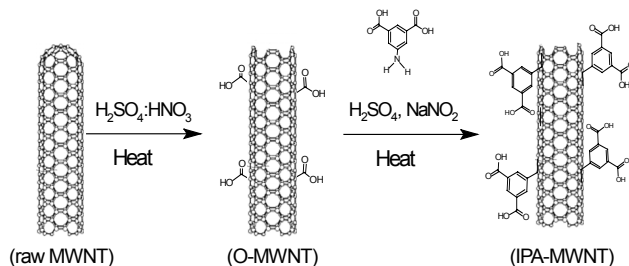


Figure 1. Surface modification of MWNT via the diazonium salt reaction.

사용액 제조를 위해 사용된 고분자는 분자량이 약 120000 g/mol인 PAN(Jilin Co., China)을 사용하였다. 본 연구에서 사용된 PAN은 상업적으로 판매되는 섬유형태의 PAN이기 때문에 표면에 처리된 유제를 제거하기 위하여 수세한 후 건조하여 사용하였다.

MWNT 표면개질. 100 mL의 황산(H₂SO₄), 질산(HNO₃)을 3:1의 몰비로 혼합한 100 mL 용액에 1 g의 MWNT 첨가시킨 후 30분간 초음파 분산을 시켜준 후 110 °C 상에서 1시간 동안 반응시킨다. 반응이 끝난 혼합액은 증류수로 여러 차례 세척하여 중화시켜준 후 진공오븐상에서 60 °C의 온도로 24시간 동안 건조하여 표면에 카르복실산(COOH) 그룹을 형성시킨 MWNT(O-MWNT)를 제조하였다. O-MWNT는 표면에 2차적으로 isophthalic acid 그룹을 도입시키기 위해 diazonium salt 반응을 이용하였다.^{5,6} 0.5 g의 O-MWNT를 황산 용액에 첨가시켜 30분 동안 초음파 분산을 시켜준 후, 분산상을 이룬 혼합물을 60 °C 상에서 1.2 g의 5-aminoisophthalic acid와 0.46 g의 sodium nitrite(NaNO₂)를 첨가시켜준 후 1시간 동안 교반하여 반응시켰다. 반응이 끝난 물질은 DMF로 세척하여 미반응 5-aminoisophthalic acid를 제거해준 후, 마지막으로 에탄올로 세척하여 제거되지 않고 남아있는 DMF를 제거하였다. 세척한 MWNT는 진공 오븐상에서 60 °C의 온도로 24시간 동안 건조시켜 IPA-MWNT를 제조하였다. Figure 1은 O-MWNT와 IPA-MWNT의 제조방법을 보여준다.

PAN 섬유제조. 섬유제조를 위한 방사용액 제조를 위하여 DMF를 용매로 사용하고 PAN을 고분자용해기(DL-6000, Daelim Co., Korea)를 이용하여 50 °C상에서 4~8시간 동안 용해하였다. 방사용액의 농도는 10 wt%로 하였으며, MWNT가 첨가된 방사용액은 농도를 20 wt%로 제조한 후 MWNT가 분산된 용액과 혼합하여 10 wt%가 되도록 하였다.

금속재질의 욕조에 약 5 cm 깊이로 물을 채운 후 고분자 용액이 담겨있는 노즐과 수조 사이의 간격(TCD: tip to collector distance)을 15 cm로 고정하고 토출량이 3 mL/h가 되도록 조건을 설정하였다. 내경이 0.51 mm인 금속 재질의 노즐을 사용하여 고전압 발생장치를 노즐에 직접적으로 연결해 전압을 가하였으며 전압은 테일러콘이 유지될 수 있도록 전압을 10~15 kV로 유지하면서 방사하였다. 방사된 나노섬유는 수면 위에서 웹형태로 쌓이게 되는데, 이를 인위적으로 4.2 m/min의 속도로 회전하는 롤러로 이동시키게 되면 연속적으로 나노섬유를 잡아당길 때 욕조에 담겨있는 물의 표면장력으로 인하여 수백 가닥의 나노섬유가 한 가닥의 번들(bundle) 형태로 형성이 된다. 제조된 번들에 존재하는 수분을 증발시키기 위하여 250 °C 이상의 고온건조기를 통과시키면서 열풍 건조하여 지관에 권취하였다.

특성분석. 표면을 처리한 MWNT는 표면에 형성된 작용기 그룹의 형성 유무를 라만 분광기(Lab RAM HR, Horiba, Japan)와 XPS(X-ray photoelectron microscopy, AXIS-NOVA, Kratos Inc, USA)를 통해 조사하였으며, 표면개질을 통해 형성된 작용기 그룹의 함량은 TGA(열중량 분석기, Q50, TA instrument, USA)를 사용하여 질소분위기 하에서 40에서 900 °C까지 10 °C/min의 속도로 승온하면서 조사하였다. MWNT의 표면개질이 PAN의 열적 특성에 미치는 영향을 알아보기 위해 MWNT를 PAN 중량대비 1 wt% 첨가시켜 제조한 필름을 사용하여 조사하였다. MWNT/PAN 필름은 DMF 용매에 호모 PAN과 공중합체 PAN을 각각 용해시키고 MWNT를 첨가시켜준 후 1시간 동안 초음파 처리하여 분산시켜 혼합용액을 제조한다. 제조한 혼합용액을 petri dish에 부어준 후 60 °C 상의 진공 오븐에서 24시간 건조시켜 복합재료 필름을 제조하였다. 제조된 복합재료의 고리화 온도(cyclization temperature, T_c)와 엔탈피의 변화량은 DSC(시차주사열량계, Q50, TA instrument, USA)를 사용하여 산소분위기 하에서 40에서 400 °C까지 5 °C/min의 속도로 승온시켜 조사하였다. DMF 용매 안에서의 MWNT의 분산성은 용매대비 0.26 wt%의 MWNT를 첨가시켜 30분간 초음파 분산시켜준 현탁액의 분산성을 비교하였으며, UV/vis spectroscopy(V-670, TS Science, Korea)를 사용하여 0.26 wt% 용액을 8시간 동안 상온 하에 방치하여 샘플의 투과율을 630 nm에서 측정하여 MWNT의 분산안정성을 평가하였다. 방사된 PAN 나노섬유의 형태는 SEM(주사전자현미경, S-4700, Hitachi Co., Japan)을 이용하여 조사하였다. 나노섬유에 백금을 코팅해준 후 10 kV의 전압을 가하여 관찰하였다. 또한 MWNT/PAN 섬유는 섬유 안에 MWNT의 분산 및 배향 형태를 관찰하기 위하여 TEM(투과전자현미경, JEM 2200FS, JEOL Co., Japan)을 이용하여 조사하였다. 제조된 각각의 섬유의 기계적 물성을 측정하기 위하여 UTM(만능시험 분석기, 5567A, Instron Co., USA)을 이용하였다. 이때 시료의 길이는 25 mm로 하였으며, cross-head 속도는 5 mm/min으로 하여 기계적 물성을 측정하였으며 섬유의 형태에 따라 20개의 시편을 측정하여 평균값을 구하였다. 섬유의 강도 측정은 선행 연구결과의 방법을 이용하였으며 이때 섬유의 밀도는 1.2 g/cm^3 로 계산하였다.^{12,20}

결과 및 토론

MWNT의 표면처리를 통해 형성된 작용기 그룹의 종류를 확인하기 위해 XPS를 이용하여 분석하였다. Figure 2(a)에서 보여지듯이 표면을 처리하지 않은 raw MWNT의 경우 표면에 산소그룹과 연관된 작용기 그룹이 존재하지 않아 특성피크를 나타내지 않음을 확인할 수 있다. 반면 O-MWNT와 IPA-MWNT의 경우 산소그룹과 연관된 특성 피크가 확인되었다. Figure 2(b)와 (c)의 XPS O1s 그래프 결과에서 보여지듯이 O-MWNT와 IPA-MWNT는 모두 531.6 eV(C-O)와 533.6 eV(C=O)에서 COOH 그룹과 연관된 2개의 큰 특성피크 영역을 나타내었다.²¹ 이를 통해 MWNT의 표면에 COOH 그룹이 형성되었음을 확인하였다.

Figure 3은 raw MWNT 및 표면을 개질한 MWNT(O-MWNT, IPA-MWNT)의 라만 스펙트럼을 보여준다. 라만 스펙트럼에서 나타내어지는 D-band와 G-band의 피크 영역을 계산한 A_D/A_G 비율을

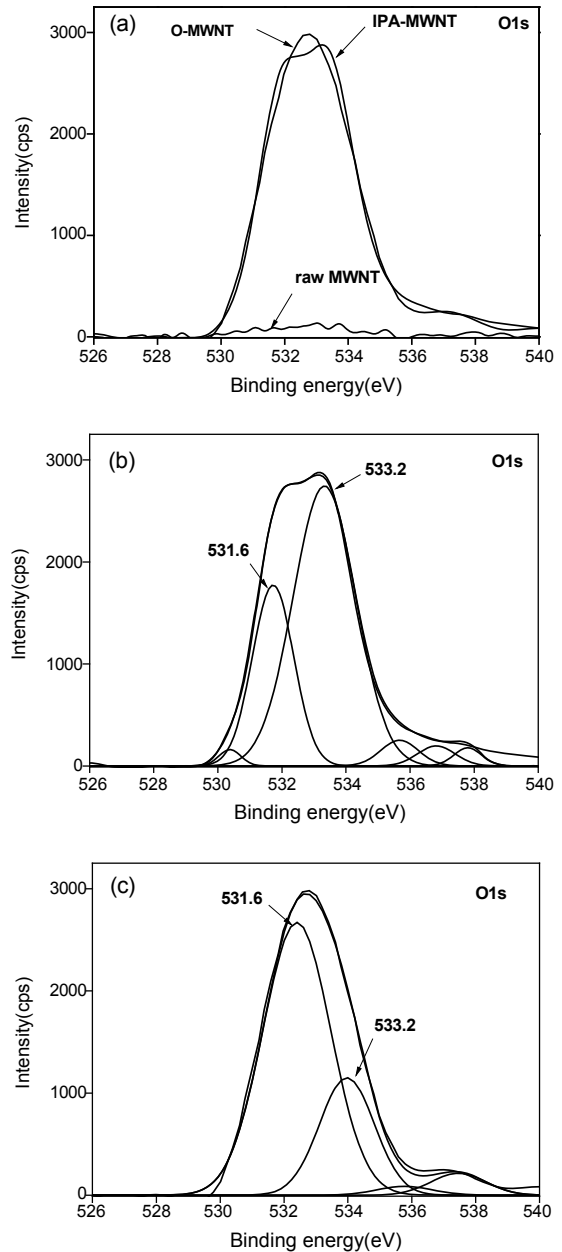


Figure 2. XPS spectra of (a) raw MWNT and surface functionalized MWNT; (b) IPA-MWNT; (c) O-MWNT.

보면 raw MWNT(1.48) < O-MWNT(1.51) < IPA-MWNT(2.25) 순으로 비율이 커짐을 확인할 수 있는데, 이는 MWNT 표면에서 IPA가 화학적으로 결합함으로써 MWNT의 sp^2 결합이 sp^3 결합으로 변함으로써 MWNT의 표면에서 defect가 증가하게 되고,²² 그 결과로서 D-band가 증가하여 A_D/A_G 비율이 증가한 것으로 생각된다. 라만 스펙트럼 분석결과와 XPS 분석결과를 통해 IPA의 방향족 고리화합물이 공유결합을 통해 MWNT 표면에 형성된 것을 확인하였다.

이 결과는 Figure 4에서 또한 나타나는데 작용기 그룹이 분해되는 온도인 약 100~300 °C 영역에서의 분해함량을 계산한 결과 O-MWNT는 작용기 그룹이 전체함량대비 약 3 wt%의 존재하는 반면 IPA-MWNT의 경우 약 8 wt% 정도 존재하는 것을 확인할 수 있다. 이는

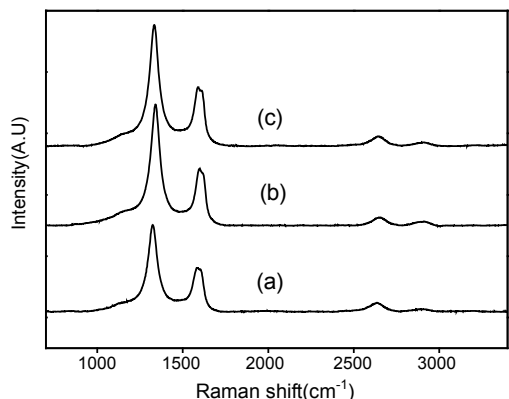


Figure 3. Raman spectra of raw MWNT (a); O-MWNT (b); IPA-MWNT (c).

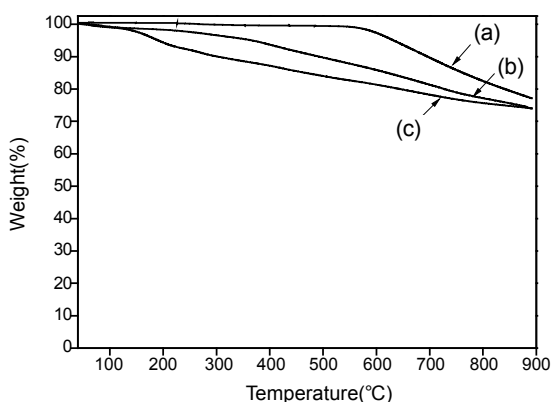


Figure 4. TGA thermograms of raw MWNT (a); O-MWNT (b); IPA-MWNT (c).

O-MWNT와 비교하여 2차적으로 IPA를 처리해줌으로써 MWNT의 표면에 더 많은 작용기 그룹이 형성되기 때문인 것으로 고려된다. 호모 PAN과 공중합체 PAN 내에 IPA-MWNT를 PAN 중량대비 1 wt% 분산시켜 제조한 필름의 안정화 반응에서 나타나는 고리화 반응온도 및 발열량 변화를 DSC를 이용해 분석한 결과가 Figure 5에 나타나 있다. 호모 PAN에 MWNT를 분산시킨 필름의 경우 고리화 반응의 피크 온도는 호모 PAN 단독과 비교해 거의 유사하나 발열량은 줄어드는 것을 확인할 수 있었다(Table 1). 하지만, 이러한 효과는 공중합체 PAN의 경우에는 크게 나타나지 않는 것을 볼 수 있는데 그 이유는 공중합체 PAN내에 존재하는 itaconic acid(IA) 때문인 것으로 여겨진다. Scheme 1에 보여진 것처럼 IA에 의한 이온화 반응메카니즘에 의해 고리화 반응이 진행되기 때문에 고리화 반응의 피크온도가 낮아지며 발열량이 감소하는 것으로 알려져 있다.⁶

Figure 6은 O-MWNT와 IPA-MWNT를 DMF 용매대비 0.26 wt%(MWNT/PAN; 1.2/98.8 w/w) 첨가시켜 분산시킨 MWNT분산 용액의 사진을 보여준다. Figure 6에서 보여지듯이 O-MWNT는 DMF 용매 안에서 균일한 분산상을 형성하지 못하고 서로간의 반데르발스 힘에 의해서 응집되어 벽면에 MWNT 응집체가 보이는 것을 확인할 수 있다. 이에 반해 IPA-MWNT는 DMF용매 안에서 균일한 분산상을 형성하였으며, O-MWNT와 비교하여 분산성이 크게 향상된 것을 볼 수 있었다.

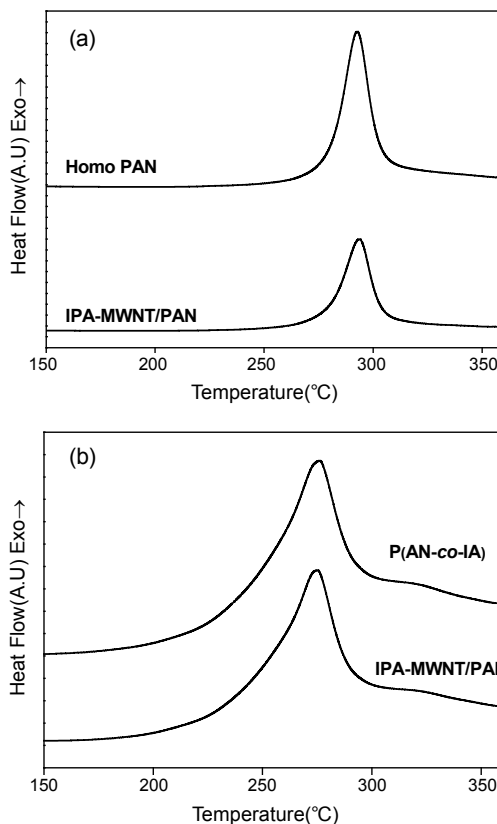


Figure 5. DSC thermograms of (a) homo PAN and composites; (b) copolymer, P(AN-co-IA) and composites.

Table 1. DSC Characteristics of PAN Precursors in Air Atmosphere at a Heating Rate of 5 °C/min

Types	T_c (°C)	ΔH (J/g)
PAN	292	1,601
PAN/IPA-MWNT	292	998
P(AN-co-IA)	275	997
P(AN-co-IA)/IPA-MWNT	274	853

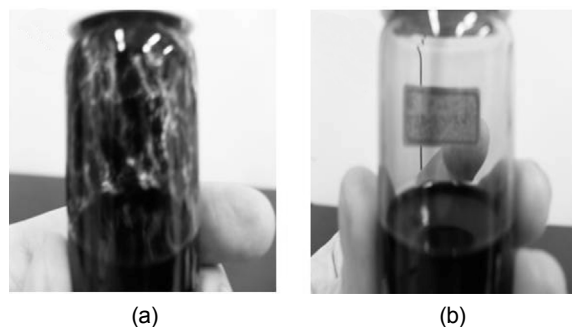


Figure 6. Photographs of dispersed O-MWNT (a); IPA-MWNT (b) in DMF.

Figure 7은 O-MWNT와 IPA-MWNT의 DMF 용매 안에서의 분산 안정성을 확인한 UV/vis spectroscopy의 결과를 보여준다. IPA-MWNT가 O-MWNT보다 더 안정된 분산안정성을 보이는데, 이는 MWNT 표면에 대두된 작용기 그룹의 함량이 증가함으로 인해 MWNT

표면의 친수성 정도를 증가시키게 되고, 그 결과로서 친수성 용매인 DMF 용매와의 상호작용이 증가하여²³ IPA-MWNT가 DMF 용매 안에서 더욱 균일한 분산상을 형성하였기 때문인 것으로 생각된다.

연속식 전기방사 방법을 통해 제조된 IPA-MWNT가 첨가된 PAN 나노섬유의 배향을 SEM을 이용하여 분석하였다(Figure 8). MWNT/PAN 섬유는 IPA-MWNT를 첨가시킨 PAN 나노섬유와 비교하여 볼 때 IPA-MWNT의 함량이 증가할수록 제조된 섬유의 직경이 550에서

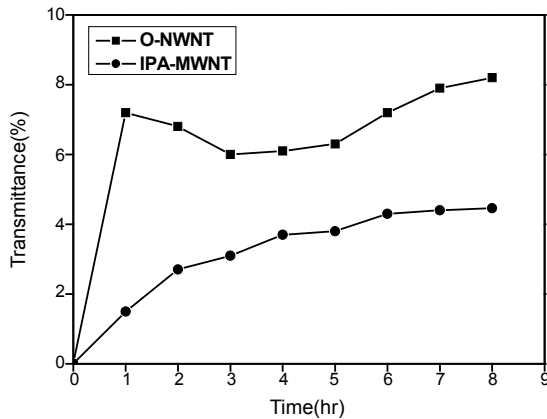


Figure 7. Transmittance of O-MWNT and IPA-MWNT solution.

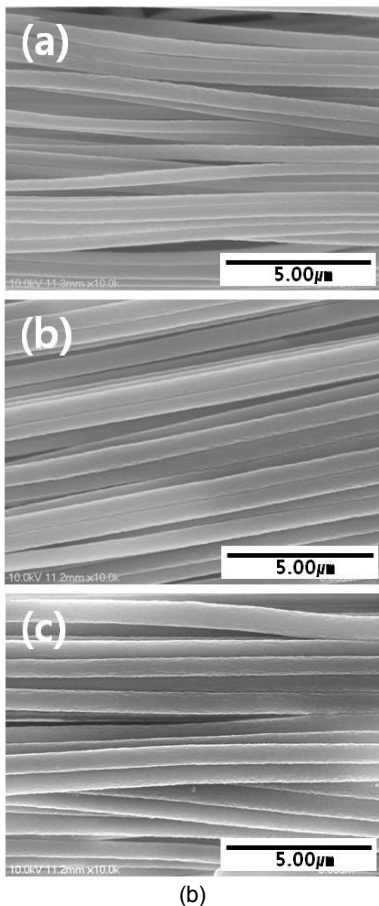


Figure 8. SEM images of (a) pure PAN; (b) MWNT/PAN(1/99 w/w); (c) MWNT/PAN(2/98 w/w).

860 nm로 커지는 경향을 나타내었다. IPA-MWNT를 PAN 중량대비 2 wt% 첨가시킨 MWNT/PAN 섬유는 순수한 PAN 섬유와 비교하여 섬유직경이 약 2배정도 증가하였다. 이는 MWNT가 첨가되면서 방사용액의 점도가 증가하기 때문에 노즐에서 테일러 콘이 형성되고 콜렉터로 방사용액이 이동할 때 직경은 크고 다발수가 적은 섬유가 형성되기 때문인 것으로 생각된다.

Figure 9는 IPA-MWNT를 PAN 중량대비 1 wt% 첨가시킨 MWNT/PAN 섬유의 TEM 사진을 보여준다. MWNT/PAN 섬유의 횡단면을 조사하였을 때 섬유 안에 MWNT가 존재하는 것을 확인할 수 있으며(Figure 9(a)) 특히 섬유의 종단면에서 섬유의 장축 방향으로 MWNT가 충전된 것을 보여준다. 이를 통해 전기방사 중 공기와 물의 계면에서 콜렉터로 섬유가 이동하면서 받는 장력에 의해 MWNT가 섬유의 장축 방향으로 배향이 이루어진 것으로 고려된다.²⁴

Figure 10은 순수한 PAN 섬유와 IPA-MWNT를 충전한 MWNT/PAN 섬유의 strain-stress 곡선을 나타낸다. IPA-MWNT가 PAN 중량대비 1 wt% 충전된 MWNT/PAN 섬유가 가장 높은 인장강도 값을 나타내었으며, IPA-MWNT가 충전되지 않은 순수한 PAN 섬유에 비하여 인장강도가 100%, 탄성률이 160% 향상되었다. 반면 2 wt%의 IPA-MWNT가 충전된 섬유는 IPA-MWNT가 1 wt%가 충전된 섬유와 비교하여 기계적 물성이 감소하였는데, 이는 IPA-MWNT의 함유량이 증가하면서 MWNT가 DMF 용매 안에서 균일한 분산상을 형성하지 못하고 응집되는 현상이 발생하게 되고, PAN 섬유 안에서

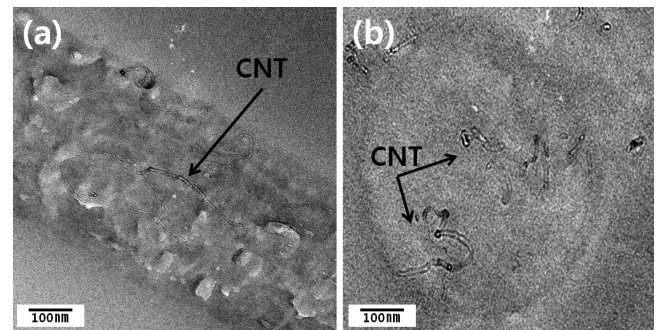


Figure 9. TEM images of (a) longitudinal section; (b) cross section of MWNT/PAN fiber (1:99 w/w).

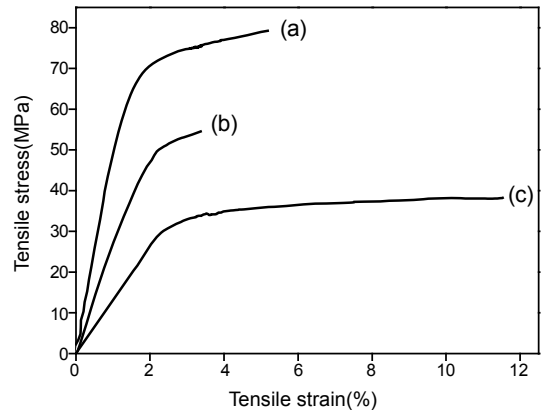


Figure 10. Strain-stress curves of (a) IPA-MWNT/PAN (1:99 w/w); (b) IPA-MWNT/PAN (2:98 w/w); (c) pure PAN.

MWNT가 응집된 부분이 defect로 작용하여 섬유의 기계적 물성을 감소시킨 것으로 고려된다. 하지만 2 wt%의 IPA-MWNT를 충전한 MWNT/PAN 섬유 또한 순수한 PAN 섬유와 비교하여 기계적 특성이 향상된 것으로 보아 보강 효과가 나타남을 확인할 수 있었다.

결 론

본 연구는 전기방사를 이용해 탄소나노튜브가 섬유방향으로 배향되어 있는 연속상의 고강도 탄소섬유 제조 방법을 보여주는 것이다. 이를 위해 MWNT 표면에 다이아조늄염 반응을 이용해 isophthalic acid 그룹을 도입하였으며 그 결과 극성용매인 DMF 내에서의 MWNT의 분산성이 향상되는 것을 확인할 수 있었다. 또한, 호모 PAN과 혼합하여 열 안정화 반응을 모사하였을 때 발열량의 감소를 확인하였다. IPA-MWNT가 PAN 중량대비 1 wt% 충전된 MWNT/PAN 섬유의 기계적 강도는 MWNT가 충전되지 않은 순수한 PAN 섬유에 비하여 인장강도가 100%, 탄성률이 160% 향상되었다. 이러한 방법을 이용하면 연속상의 고강도 탄소섬유의 제조가 가능할 것으로 보이며 현재 최적화를 위한 연구가 진행중이다.

감사의 글: 본 연구는 지식경제부의 소재원천기술개발사업 (K0006031), 교육과학기술부 원자력 연구개발사업(2010-0025916) 과 한국과학기술연구원 기관고유사업과제의 연구비 지원으로 수행되었음.

참 고 문 헌

1. M. K. Seo, B. G. Min, and S. J. Park, *Carbon Lett.*, **9**, 324 (2008).
2. H. G. Chae, Y. H. Choi, M. L. Minus, and S. Kumar, *Comp. Sci. Tech.*, **69**, 406 (2009).
3. T. V. Sreekumar, T. Liu, B. G. Min, H. Guo, S. Kumar, and R. H. Hauge, *Adv. Mater.*, **16**, 58 (2004).
4. L. Moreira, R. Fulchiron, G. Seytre, P. Dubois, and P. Cassagnau, *Macromolecules*, **43**, 1467 (2010).
5. C. Dyke and J. Tour, *J. Am. Chem. Soc.*, **126**, 1156 (2003).

6. J. L. Bahr and J. Tour, *Chem. Mater.*, **13**, 3823 (2001).
7. P. Bajaj, T. V. Sreekumar, and K. Sen, *Polymer*, **42**, 1707 (2001).
8. J. M. Deitzel, J. Kleinmeyer, D. Harrks and N. C. B. Tan, *Polymer*, **24**, 261 (2001).
9. Q. Ouyang, L. Cheng, H. Wang, and K. Li, *Polym. Degrad. Stab.*, **93**, 1415 (2008).
10. T. V. Sreekumar, L. Chandra, A. Srivastava, and S. Kumar, *Carbon*, **45**, 1114 (2007).
11. J. Liu, Z. Yue, and H. Fong, *Small*, **5**, 536 (2009).
12. S. C. Moon and R. J. Farris, *Carbon*, **47**, 2829 (2009).
13. D. Li, Y. Wang, and Y. Xia, *Nano Lett.*, **3**, 1167 (2003).
14. E. Smit, U. Buttner, and R. Sanderson, *Polymer*, **46**, 2419 (2005).
15. H. Y. Kim, M. S. Gil, Y. H. Jung, H. J. Kim, and B. S. Lee, U.S. Patent 7,354,546 (2008).
16. D. K. Oh, H. S. Kim, J. T. Oh, and M. Seo, *Textile Sci. Eng.*, **46**, 98 (2009).
17. A. L. Yarin, S. Koombhongse, and D. H. Reneker, *J. Appl. Phys.*, **90**, 4836 (2001).
18. B. Li, C.-R. Zhang, F. Cao, S.-Q. Wang, B. Chn, and J.-S. Li, *Mater. Sci. Eng. A*, **471**, 169 (2007).
19. E. Teo, R. Gopal, R. Ramaseshan, K. Fujihara, and S. Ramakrishna, *Polymer*, **48**, 3400 (2007).
20. A. M. Afifi, S. Nakano, H. Yamane, and Y. Kimura, *Macromol. Mater. Eng.*, **295**, 660 (2010).
21. G. Zhang, S. Sun, D. Yang, J. P. Dodelet, and E. Sacher, *Carbon*, **46**, 196 (2008).
22. J. L. Bahr, J. Yang, D. V. Kosynkin, M. J. Bronikowski, R. E. Smalley, and J. M. Tour, *J. Am. Chem. Soc.*, **123**, 6536 (2001).
23. M. D. Ellison and P. J. Gasda, *J. Phys. Chem. C*, **112**, 738 (2008).
24. H. G. Chae, M. L. Minus, and S. Kumar, *Polymer*, **47**, 3494 (2006).