

## 폴리아크릴로니트릴 기반 탄소섬유의 기계적 특성에 미치는 탄화공정 연구

장다원\*\*\* · 조한익\* · 구본철\*\*\* · 김성룡\*\*\* · 방유희\*\*\* · 이성호\*\*\*†

\*한국과학기술연구원 탄소융합소재연구센터, \*\*과학기술연합대학원대학교, \*\*\*효성기술원  
(2016년 8월 18일 접수, 2016년 9월 28일 수정, 2016년 10월 4일 채택)

## Effect of Heating Rate in Carbonization on Mechanical Properties of Polyacrylonitrile Based Carbon Fibers

Dawon Jang\*\*\*, Han-Ik Joh\*, Bon-Cheol Ku\*\*\*, SeungRyoung Kim\*\*\*,  
YunHyuk Bang\*\*\*, and Sungho Lee\*\*\*†

\*Korea Institute of Science and Technology, Carbon Composite Materials Research Center,  
92 Chudong-ro, Bongdong, Wanju, Jeonbuk 55324, Korea

\*\*University of Science and Technology (UST), 217 Gajeong-ro, Yuseong-gu, Daejeon 34113, Korea

\*\*\*Hyosung R&BD Labs, The Technology Commercialization Center, 74 Simin-daero, Dongan-gu,  
Anyang-si, Gyeonggi-do 14080, Korea

(Received August 18, 2016; Revised September 28, 2016; Accepted October 4, 2016)

**초록:** 세 종류의 상용 폴리아크릴로니트릴(PAN) 섬유인 효성(HS), Blue star(BS) 그리고 Jilin(JL) 섬유를 연속식 안정화를 거쳐 안정화 섬유를 제조한 후 튜브형로 내에서 2 및 10 °C/min의 탄화 속도로 1050 °C에서 탄화하였다. 제조된 탄소섬유의 구조분석을 위하여, X-ray diffraction(XRD) 및 Raman 분광기를 실행하였다. 승온속도와 PAN 섬유의 종류에 관계없이 구조 특성은 크게 다르지 않았다. 그러나 승온속도가 낮을 때 세 종류의 섬유 모두 인장강도가 증가하는 경향을 보였다. 효성 섬유로 제조된 탄소섬유는 승온속도가 2와 10 °C/min일 때 각각 ~4.1와 ~2.6 GPa의 인장강도를 나타내었다. 인장 탄성률은 또한 낮은 승온속도로 탄화한 섬유가 더 높은 값을 가졌고, 효성 탄소섬유의 값은 ~253(2 °C/min)와 ~196 GPa(10 °C/min)이었다. X-ray photoelectron spectroscopy(XPS) 분석을 통하여 승온속도에 따라 탄소함량의 큰 차이는 없었으나 낮은 승온속도로 처리한 탄소섬유가 더 높은 sp<sup>3</sup> 구조 함량을 갖는 것을 확인하였다. 이는 탄소섬유의 화학적 구조가 기계적 물성에 중요한 역할을 한다는 것을 보여준다.

**Abstract:** Three types of commercially available polyacrylonitrile (PAN) fibers such as Hyosung (HS), Blue star (BS), and Jilin (JL) fibers were stabilized by continuous system and followed by carbonization at 1050 °C with heating rates of 2 and 10 °C/min in a tubular furnace. To investigate structures of resulting carbon fibers (CFs), X-ray diffraction (XRD) and Raman spectroscopy were performed. Without regarding heating rate in carbonization and types of PAN fibers, structural properties were not significantly different. However, a lower heating rate resulted in higher tensile strength with all types of PAN fibers. CFs based on HS PAN fibers showed tensile strength of ~4.1 and ~2.6 GPa with heating rates of 2 and 10 °C/min, respectively. Tensile modulus also increased with a lower heating rate, and the values of HS CFs are ~253 (2 °C/min) to ~196 GPa (10 °C/min). X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) revealed that CFs prepared with slow heating contained higher content of sp<sup>3</sup> even though there was no significant different in carbon content. These suggest that chemical structure play an important role in mechanical properties of CFs.

**Keywords:** polyacrylonitrile, stabilization, carbonization, carbon fiber, tensile properties.

## 서 론

1970년대 상업생산을 시작한 후 폴리아크릴로니트릴 (polyacrylonitrile; PAN) 기반 탄소섬유는 고성능 복합소재의

보강재로 활발한 연구가 진행되어 왔다. PAN 기반의 탄소섬유는 높은 기계적 강도를 나타내어 항공기, 자동차, 풍력 등 다양한 산업에 적용되고 있으며 탄소섬유 시장의 약 95% 가량을 차지하고 있다.<sup>1</sup> 일반적으로 PAN 섬유는 두 단계의 열처리 공정을 통하여 탄소섬유가 제조되며 첫 번째 공정은 공기 분위기에서 200-300 °C의 열처리인 안정화 공정이다. 두 번째 공정으로 안정화 공정을 거친 후 불활성 분위기에서 탄

†To whom correspondence should be addressed.

E-mail: sunghol@kist.re.kr

©2017 The Polymer Society of Korea. All rights reserved.

화를 거치게 된다. 안정화 공정 중 PAN 섬유는 사다리 구조를 갖는 불용화 섬유로 전환되는데, 이때 고리화, 산화, 가교, 탈수소화 등 다양한 반응을 수반한다.<sup>2-6</sup> PAN 고분자는 결정을 갖는 물질임에도 가열을 할 경우 녹는점을 나타내기 전에 고리화 반응이 일어나 탄화공정에서 불용화되는 장점을 갖게 된다. 안정화 과정 중에는 화학 반응에 따라 가스 형태의 부산물이 발생한다.<sup>7</sup> 열처리 과정 중에 화학적 구조 변화뿐만 아니라 물리적 구조의 변화도 관찰되어 안정화 과정 중에 PAN 섬유의 결정구조가 없어지고 고분자의 배향도 잃게 된다. 또한 이러한 구조 변화는 기계적 물성에 큰 영향을 미쳐 안정화 섬유가 PAN 섬유보다 낮은 인장강도를 나타내게 된다.<sup>8</sup> 따라서 안정화 공정은 탄소섬유의 물성에 영향을 주는 중요 인자 중 하나이다.<sup>9</sup>

탄화 과정 중에도 이산화 탄소, 일산화 탄소, 시안화수소, 질소, 수소, 암모니아, 메탄 등 가스가 다량 발생하여 50% 정도의 탄화 수율을 나타내게 된다.<sup>7</sup> 결과적으로 최종탄화 온도에 따라 탄소함량이 증가하나 상용 탄소섬유는 90% 이상의 탄소를 함유한다. 안정화 공정으로 만들어진 화학 및 물리적 구조는 탄화 과정 중 섬유에 가해지는 열 에너지에 의하여 변화가 이루어진다. 안정화 섬유는 20% 이상의 질소원소와 10% 가까운 산소 원소를 갖고 있는데 최종 1000 °C 이상의 열 처리를 통하여 대부분의 탄소로 이루어진 섬유가 제조된다. 따라서 탄화온도와 온도 profile, 유지시간 등 처리 조건이 섬유에 가해지는 열 에너지의 양과 방법을 결정하고 제조된 탄소섬유의 물성에 영향을 주게 된다.<sup>10</sup> Fitzer 등은 승온 속도, 온도, 유지시간 등을 변화시켜 안정화 섬유를 준비한 후 탄화공정 최적화 연구를 실험실 규모의 불연속식 furnace에서 진행하였다.<sup>7</sup> 안정화 조건과 관계 없이 최종 탄화온도가 1500 °C일 때 가장 높은 인장강도를 나타내었으며 그 이상의 온도로 탄화를 처리할 경우 인장강도가 감소하는 경향을 관찰하였다. 그러나 탄성률은 탄화온도가 증가하면 동시에 증가하여 2600 °C 이상에서 최고의 값을 나타내었다. 또한 탄화온도에 도달하는 승온속도를 10부터 782 °C/min로 조절하여 이에 따른 물성변화를 관찰한 결과, 안정화 조건에 따라 10 또는 21 °C/min의 승온속도로 탄화처리한 탄소섬유가 높은 인장강도를 나타내었다.

Tsai는 안정화된 섬유를 연속식 탄화하는 과정에서 1200 °C로 설정된 하나의 furnace를 통과하는 경우와 800과 1200 °C로 설정된 두 개의 furnace를 통과하는 경우로 나누어 제조된 탄소섬유의 인장강도를 비교하였다. 하나의 furnace를 통과한 탄소섬유는 14.5 g/d의 인장강도를 나타낸 반면 온도가 다른 두 개의 furnace를 통과한 탄소섬유는 18.9 g/d의 인장강도를 나타내었다.<sup>11</sup> 또한 두 개의 furnace를 사용하는 공정의 경우에 furnace를 통과하는 섬유의 속도에 따라 인장강도가 변하는 현상을 관찰하였다. 800 °C의 첫 번째 furnace를 5.5 m/min의 속도로 통과하고 1200 °C의 두 번째 furnace를

3.5 m/min의 속도로 통과한 탄소섬유가 가장 높은 인장강도를 나타내었다.<sup>12</sup> 탄성률의 경우에는 첫 번째와 두 번째 furnace를 각각 4.7과 5.5 m/min의 속도로 통과하였을 때 최고의 값을 나타내었다. 실험에서 사용된 furnace의 길이는 1.5 m이고 결과적으로 체류시간은 최장 36초로 매우 짧은 것을 알 수 있다. 이 결과로 탄화 과정 중에 열 처리 조건이 제조된 탄소섬유의 물성에 매우 큰 영향을 준다는 사실을 확인할 수가 있다.

본 연구에서는 탄화 공정 중 승온속도가 탄소섬유의 기계적 물성에 미치는 영향을 고찰하고자 하였다. 세 종류의 상용 PAN 섬유를 연속식 안정화한 후 2 및 10 °C/min의 속도로 상온에서 1050 °C까지 승온하여 탄소섬유를 제조하였다. 제조된 탄소섬유의 구조 분석을 위하여 X-ray diffraction (XRD) 및 Raman 분광법을 사용하였다. 또한 scanning electron microscope(SEM)을 이용하여 탄소섬유의 단면을 관찰하였다. 그리고 단섬유 인장시험을 실시하여 인장강도, 탄성률 및 신율 등 탄소섬유의 기계적 특성을 고찰하였다.

## 실 험

**실험 재료.** 본 연구에서 사용된 PAN 섬유는 각각 Bluestar Company Co., Ltd(BS, China), Jilin Company Co., Ltd(JL, China) 그리고 효성(HS, Korea)에서 제조된 섬유를 사용하였다.

**PAN 섬유의 안정화 및 탄화.** PAN 섬유를 연속식 안정화를 통해 안정화 섬유를 제조하였다. 공기 중에서 220 °C를 시작으로 4개의 온도 구간에서 각각 15 °C 간격으로 약 30분씩 열처리를 실시하였다. 안정화 섬유의 명명은 ‘제조사-stabilized fibers’로 하였다. 그리고 세 안정화 섬유는 알루미나 탄화로 (Korea Furnace Development Co., Ltd, Korea)를 사용하여 질소 가스(purity 99.999%, Korea Gas Co. ltd)를 2000 cc/min로 흘려주면서 2와 10 °C/min의 속도로 1050 °C까지 승온하여 탄소섬유를 제조하였다. 각각의 탄소섬유의 이름은 ‘제조사\_승온속도’로 명명하였다.

**섬유의 특성 평가.** 안정화 섬유의 화학적 구조 및 안정화 정도를 보기 위하여 Fourier transform infrared(FTIR, Nicolet iS10, Thermo Scientific, USA)을 사용하여 attenuated total reflectance(ATR) 모드로 650-4000 cm<sup>-1</sup>의 범위를 측정하여 FTIR spectra를 얻었다. 그리고 안정화 섬유를 탄화하여 제조된 탄소섬유의 단면을 관찰하고 지름을 측정하기 위해 scanning electron microscope(SEM, NOVA NanoSEM 450, FEI, USA)을 이용하여 10 kV의 전압을 가하면서 25000배 배율로 단면을 관찰하였다. 안정화 섬유 및 탄소섬유의 기계적 특성 분석을 위해 mechanical tester for a single fiber (FAVIMAT+, Texttechno, Germany)를 통해 인장강도, 탄성률 및 신율 등을 측정하였다. 표점 거리는 25 mm, 그리고 cross-

head 속도는 5 mm/min으로 설정하였고, 20개의 시편을 측정하였다. 탄소섬유의 결정구조를 분석하기 위해 X-ray diffraction(XRD, SmartLab, Rigaku, Japan)와 Raman spectrometer(inVia, Renishaw, United Kingdom)를 이용하였다. XRD의 측정 조건은 45 kV, 200 mA의  $\text{CuK}\alpha$  radiation ( $\lambda=1.54 \text{ \AA}$ )을 조사하여 5°/min의 scan speed로 10-60°의 범위를 측정하였다. Raman spectra는 파장 514 nm의 레이저, 9 mW의 파워로 하여 continuous scanning mode에서 800-3500  $\text{cm}^{-1}$ 의 범위를 측정하였다.

탄소섬유의 표면의 성분 함량 및 화학적 구조를 분석하기 위해 X-ray photoelectron spectroscopy(XPS, K-alpha, Thermo Scientific, USA)를 사용하였다. X-ray는 monochromated  $\text{AlK}\alpha(1486.6 \text{ eV})$ 이며, survey spectrum은 0에서 1350 eV까지 측정하여 얻었고, 측정 면적의 지름은 100  $\mu\text{m}$ 로 하여 측정하였다.

## 결과 및 토론

**안정화 섬유의 특성 분석.** PAN 섬유의 안정화가 잘 이루어졌는지를 확인해 보기 위해 FTIR을 측정하였고 안정화 섬유의 기계적 특성을 보기 위해 인장 시험을 실시하였다. Figure 1은 안정화 섬유의 FTIR spectra로 2920, 1438 그리고 1350  $\text{cm}^{-1}$ 에서 나타나는 피크는 각각  $\text{CH}_2$ 의  $\nu_{\text{C-H}}$ ,  $\delta_{\text{C-H}}$  그리고  $\text{CH}$ 의  $\delta_{\text{C-H}}$  결합이다. 796  $\text{cm}^{-1}$ 에서의 피크는 C-CN의 C-C 결합에 의해 나타난 피크이며, 2238과 1438  $\text{cm}^{-1}$ 에서 나타난 피크는  $\text{C}\equiv\text{N}$ 과  $\text{C}=\text{N}$  결합에 의해 나타난 피크이다.<sup>13</sup> PAN 섬유가 안정화 공정을 거치게 되면  $\text{C}\equiv\text{N}$ 의 결합이 깨지면서 고리화와 탈 수소화 등이 일어나면서  $\text{C}=\text{N}$  결합으로 바뀌어 나타난다. 이를 통해 PAN 섬유의 안정화가 얼마나 이루어졌는지에 대한 척도인 extent of reaction(EOR), 즉 안정화도를

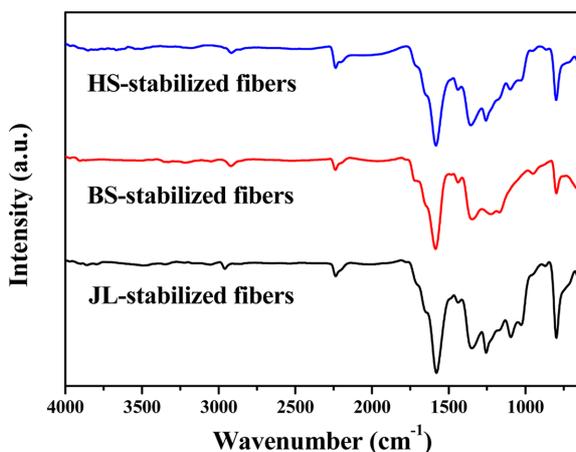


Figure 1. FTIR spectra of JL, BS and HS-stabilized fibers using ATR mode.

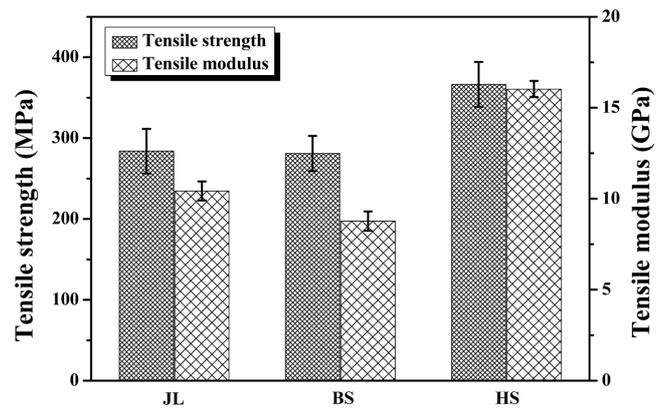


Figure 2. Tensile strength and modulus of stabilized fibers with commercially available three PAN fibers.

계산할 수 있다.  $\text{C}=\text{N}$ 과  $\text{C}\equiv\text{N}$  결합을 나타내는 1583, 2238  $\text{cm}^{-1}$  피크의 intensity를 이용하여 계산할 수 있으며, 계산식은 다음과 같다.<sup>14</sup>

$$\text{EOR} = \frac{I_{1583}}{I_{1583} + I_{2238}} \quad (1)$$

계산된 JL, BS 그리고 HS의 안정화 섬유의 EOR 값은 각각 0.883, 0.821 그리고 0.883이다. 세 제조사의 안정화 섬유가 비슷하게 안정화가 이루어진 것을 확인할 수 있었다.

Figure 2는 안정화 섬유의 기계적 특성인 인장강도 및 탄성률의 결과이다. HS의 안정화 섬유의 강도 및 탄성률이 각각 평균 365 MPa, 13.4 GPa로 가장 큰 것을 알 수 있다. 또한 JL과 BS의 안정화 섬유의 강도는 281과 284 MPa로 비슷하지만 탄성률은 10.4과 8.8 GPa로 차이가 나는 것을 볼 수 있다. 하지만, 신율은 JL과 HS 안정화 섬유가 대략 14% 정도로 비슷한 것에 비해 BS 안정화 섬유는 24.9%로 매우 큰 값을 가졌다.

**탄소섬유의 표면 특성.** 안정화 섬유는 2 및 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 의 속도로 상온에서 1050  $^{\circ}\text{C}$ 까지 승온하여 탄화를 실시하였다. 제조된 탄소섬유의 단면은 SEM을 통해 확인하였다. Figure 3을 보면 제조사마다 섬유 형태가 다른 모양을 갖는 것을 확인할 수 있다. JL의 탄소섬유는 강낭콩 모양인 것에 비해 BS와 HS의 탄소섬유는 원형을 나타내었다. 또한 HS의 탄소섬유의 표면의 모폴로지가 BS의 탄소섬유에 비해 매끄러운 것을 볼 수 있다. 그리고 섬유의 지름을 측정하였을 때, 제조사마다 승온속도에 관계없이 비슷한 지름을 갖는 것을 알 수 있었다. 탄소섬유의 단면 형태는 전구체인 PAN 섬유를 제조하기 위해 방사할 때 노즐에서 방출된 섬유는 응고과정의 영향을 많이 받는 것으로 알려져 있다. 따라서 세 제조사의 탄소섬유의 단면 모양 및 표면의 모폴로지가 다른 형태를 갖고 있고 이는 모두 다른 조건의 방사공정을 거쳐 섬유가 제조되었기 때문으로 유추할 수 있다.

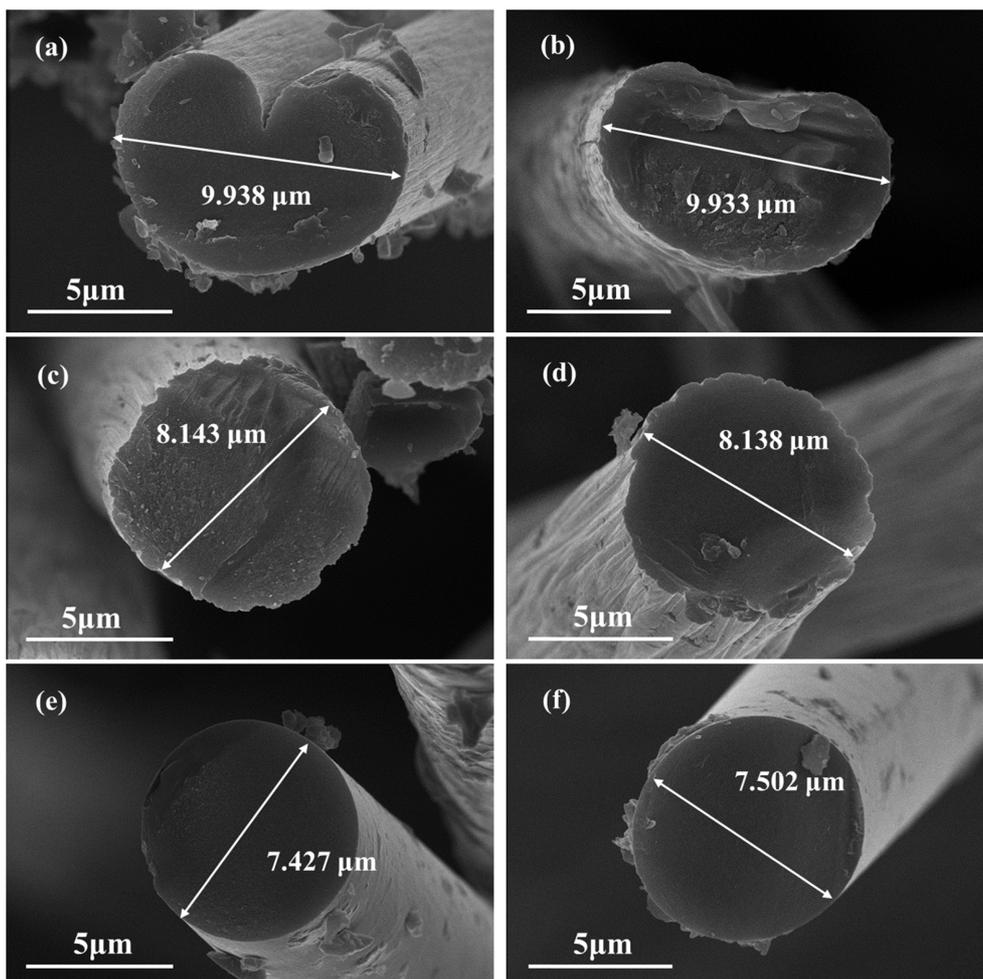


Figure 3. Cross-sectional SEM images of carbon fibers: (a) JL\_2; (b) JL\_10; (c) BS\_2; (d) BS\_10; (e) HS\_2; (f) HS\_10.

**탄소섬유의 구조적 특성.** 탄소섬유의 탄화조건 및 제조사에 따른 구조적 특성을 알아보기 위해 XRD와 Raman 분광 분석을 이용하여 분석하였다. Figure 4(a)와 (b)는 탄소섬유를 제조할 때의 승온속도 및 제조사별로 XRD를 측정한 데이터이다. 25° 부근에서 나타나는 피크는 탄소의 층이 (002) 결정 구조일 때 나타나는 피크로 탄소섬유의 탄화조건 및 제조사에 관계없이 유사한 것을 알 수 있다. 또한 Bragg's law에 의한 식 (2)와 Debye-Scherrer 방정식인 식 (3)을 이용하여 (002) 결정면의  $d$ -spacing, 결정의 두께( $L_c$ )를 구할 수 있었다. 각각의  $\lambda$ ,  $\theta$ ,  $K$  그리고  $\beta$ 는 X-ray source인  $\text{CuK}\alpha$  radiation의 파장, 회절각, 형상계수(0.9), 그리고 피크의 full width at half maximum(FWHM)이다.<sup>15</sup>

$$d_{002}(\text{\AA}) = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \quad (2)$$

$$L_c = \frac{K\lambda}{\beta\cos\theta} \quad (3)$$

위 두 식을 통해 구한 탄소섬유의 (002) 결정면의  $d$ -spacing은 모두 3.5 Å 정도로 비슷하였으며  $L_c$ 은 섬유의 종류마다 약간의 차이는 보였지만 승온속도에 대비하여 크게 변하지 않는 것을 볼 수 있다.

Figure 4(c)와 (d)는 Raman 분광법의 분석 결과로, 모든 탄소섬유가 1335-1350  $\text{cm}^{-1}$ (D band)과 1570-1585  $\text{cm}^{-1}$ (G band)에서 흡수영역을 갖는 것을 볼 수 있다. Tuinstra and Koenig의 방정식인 식 (4)는 D band와 G band의 intensity 비를 통해 결정의 길이( $L_a$ )를 얻을 수 있었고 이는 2.58-2.71 nm로 유사한 것을 알 수 있었다.<sup>16</sup>

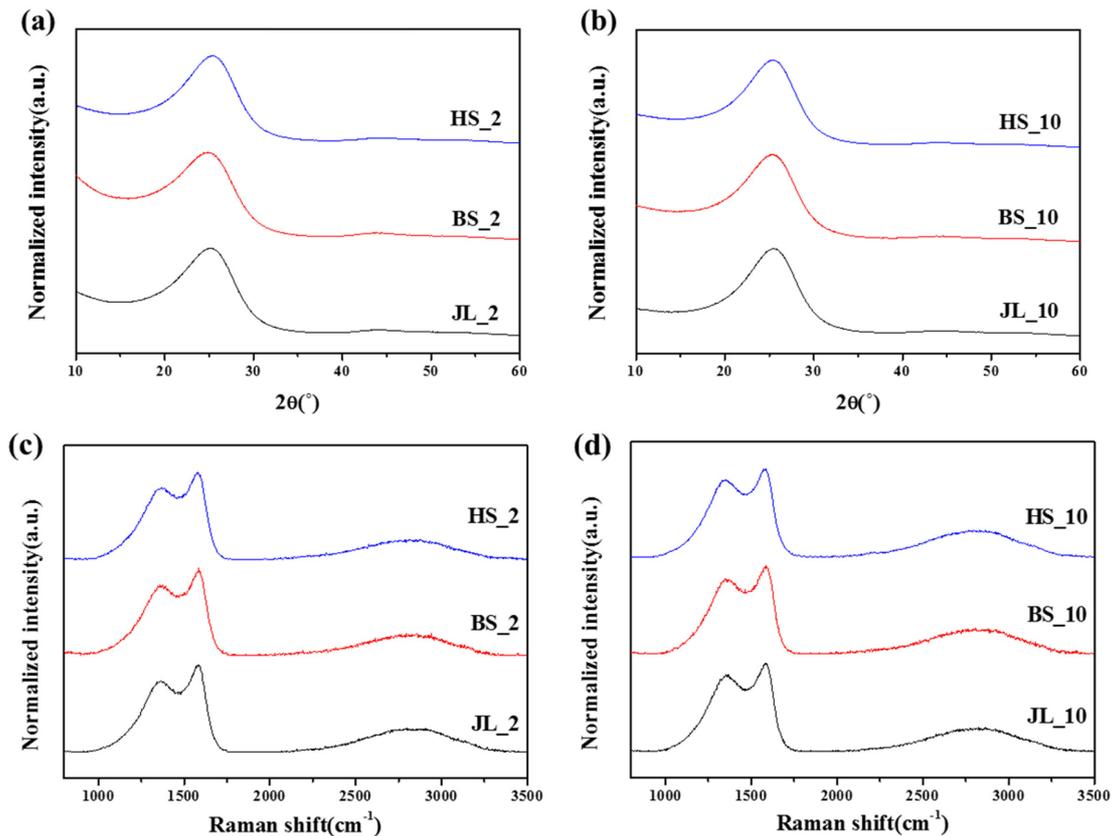
$$L_a = 4.4 \times \left(\frac{I_D}{I_G}\right)^{-1} (\text{nm}) \quad (4)$$

탄소섬유의 XRD와 Raman 분광법을 통해 얻은  $d$ -spacing,  $L_c$ 와  $L_a$ 는 Table 1에 나타내었다.

**탄소섬유의 인장 특성.** 탄소섬유의 탄화조건 및 제조사에 따른 기계적 물성의 차이를 살펴보기 위해 단섬유 인장강도

**Table 1.**  $d$ -spacing,  $L_c$  and  $L_a$  of the Carbon Fibers with Companies and Heating Rate

	JL_2	BS_2	HS_2	JL_10	BS_10	HS_10
$d$ -spacing (Å)	3.51±0.01	3.50±0.01	3.48±0.01	3.51±0.01	3.51±0.01	3.49±0.01
$L_c$ (nm)	1.20±0.04	1.16±0.01	1.21±0.01	1.19±0.04	1.16±0.01	1.22±0.01
$L_a$ (nm)	2.65±0.09	2.69±0.10	2.71±0.04	2.58±0.11	2.60±0.04	2.62±0.11

**Figure 4.** (a) and (b) are XRD diffractograms; (c) and (d) are Raman spectra of carbon fibers.

측정법을 사용하였다. Figure 5에서 인장 강도 및 탄성률의 그래프인 (a)와 (b)를 보면 전체적으로 승온속도가 낮을수록 강도 및 탄성률이 증가하는 것을 볼 수 있다. 2°C/min의 속도로 탄화한 JS과 BS의 탄소섬유는 평균 2.7과 2.8 GPa로 강도가 비슷하게 측정되었으며 HS의 탄소섬유의 강도는 4.1 GPa로 가장 높은 값을 나타내었다. 탄성률은 HS의 탄소섬유가 가장 높은 253 GPa이고, JL과 BS의 탄소섬유는 207과 186 GPa로 측정되었다. 10°C/min으로 탄화한 탄소섬유의 강도는 2°C/min으로 탄화한 탄소섬유보다 낮으며 JL과 BS는 2.3, 그리고 HS는 2.6 GPa이었다. 그리고 JL, BS 및 HS의 탄소섬유의 탄성률은 각각 166, 148 그리고 196 GPa로 10°C/min로 탄화한 탄소섬유들 중 강도 및 탄성률 또한 HS의 탄소섬유가 가장 높은 값을 나타내었다. 신율은 HS의 탄소섬유가 2°C/min로 탄화했을 때 1.8%로 가장 높았으며 10°C/

min 탄화했을 때 1.4%로 가장 낮은 값을 보였다. BS와 JL의 탄소섬유는 HS의 탄소섬유와 다르게 신율이 탄화조건에 따라 1.5% 내외로 크게 변하지 않는 것을 알 수 있었다.

**탄소섬유의 화학적 구조 특성.** 탄소섬유의 표면의 화학적 결합을 분석하기 위해 XPS를 측정하였다. 2°C/min으로 탄화한 JL, BS 그리고 HS의 탄소섬유의 원소 함량은 각각 탄소가 88.6, 87.8, 88.5%, 질소가 5.8, 5.7, 6.1% 그리고 산소가 5.7, 6.6, 6.1% 이었다. 그리고 10°C/min으로 탄화한 세 탄소섬유의 원소의 함량을 분석하였을 때, 탄소가 85.1, 87.1, 87.9%, 질소가 7.9, 7.1, 6.8%, 그리고 산소가 7.0, 5.8, 5.3%로 이루어진 것을 알 수 있었다. Figure 6을 보면 탄소섬유의 탄소의 피크를 세부적으로 분석하였을 때  $sp^2$ 의 C=C(284.5 eV),  $sp^3$ 의 C-C(285.4 eV), C-N/C-O(286.3 eV), C=O(287.9 eV), O-C=O(291 eV) 결합 등을 갖고 있었다. 2°C/min으로 탄화

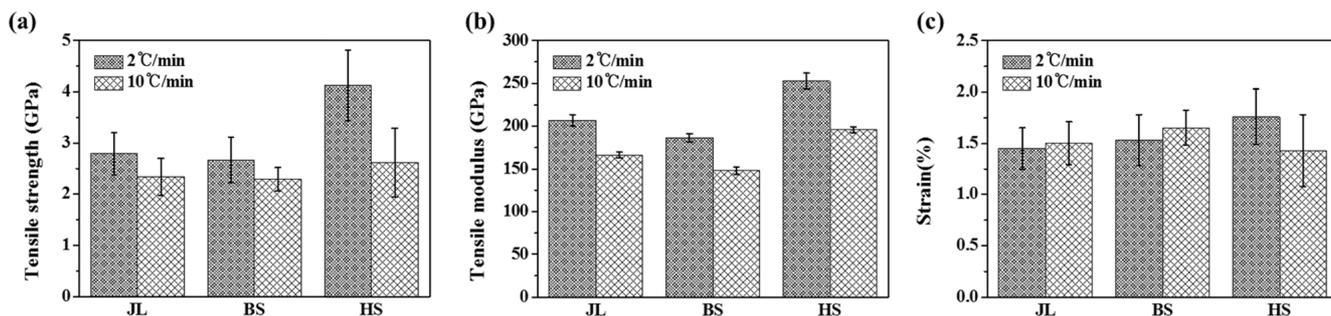


Figure 5. Tensile properties of carbon fibers: (a) tensile strength; (b) tensile modulus; (c) strain with heating rates of 2 and 10 °C/min.

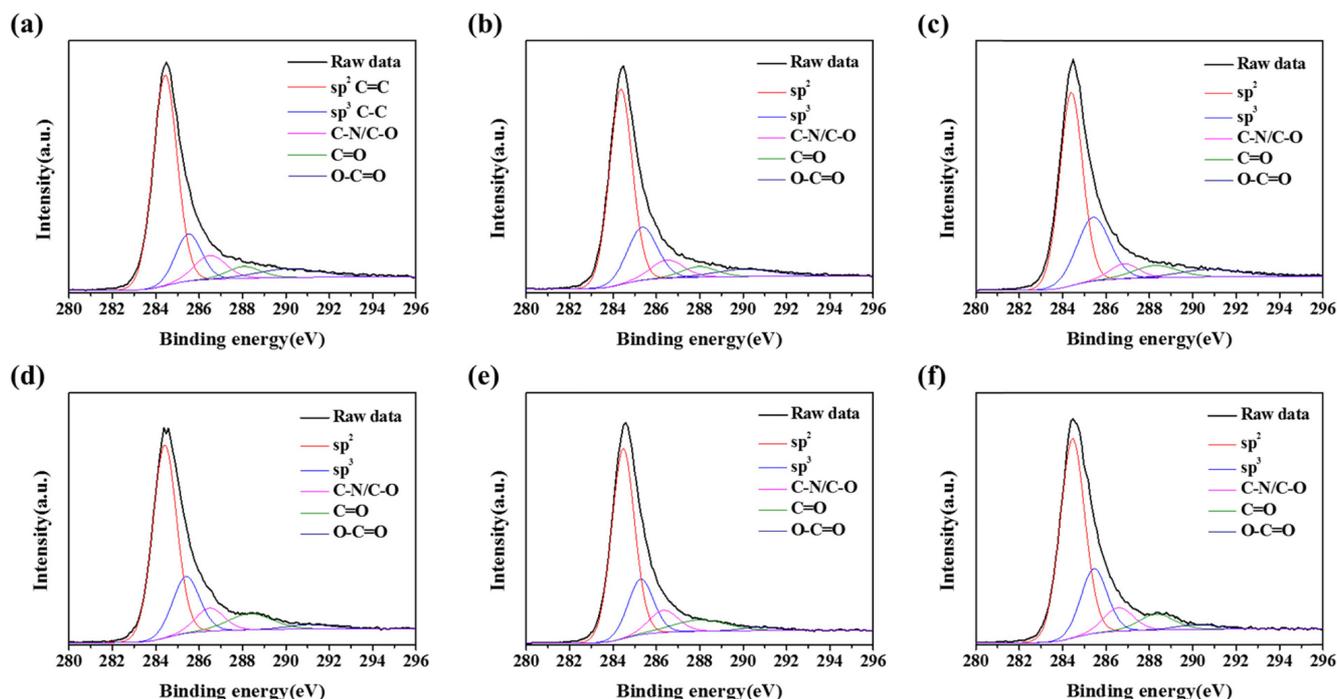


Figure 6. High-resolution XPS deconvoluted C1s spectra of carbon fibers: (a) JL\_2; (b) BS\_2; (c) HS\_2; (d) JL\_10; (e) BS\_10; (f) HS\_10.

한 탄소섬유의 탄소 내의  $sp^3$ 의 함량은 JL과 BS는 21.2%, HS는 25.7% 정도 존재하는 것을 알 수 있었다. 10 °C/min로 탄화한 탄소섬유 또한 2 °C/min의 속도로 탄화한 탄소섬유와 이루어져 있는 탄소의 화학적 결합 구조 종류는 같았고, 탄소 내의  $sp^3$ 의 함량은 JL은 20.0%, BS는 19.9%, 그리고 HS는 21.1%인 것을 알 수 있었다.  $sp^3$ 의 함량과 인장강도를 비교해보았을 때,  $sp^3$ 의 함량이 증가할수록 인장강도가 증가하는 것을 확인할 수 있었다. 이는 탄소섬유 내의 존재하는 graphitic 층들의 사이에  $sp^3$ 의 구조의 탄소가 존재하며 이로 인해 강도에 영향을 미치는 것을 유추할 수 있다.<sup>10</sup>

### 결론

본 연구에서는 세 종류의 상용화 PAN 섬유를 안정화 후

탄화할 때 승온속도를 다르게 하여 그에 따른 구조 및 물성의 변화를 알아보았다. FTIR 분석을 통해 PAN 섬유의 안정화 공정이 잘 이루어졌는지 확인하였고 안정화 섬유의 강도 및 탄성률을 측정된 결과 HS의 안정화 섬유가 가장 높은 강도 및 탄성률을 갖는 것을 알 수 있었다. 그리고 이 세 종류의 안정화 섬유를 2와 10 °C/min의 승온속도로 1050 °C까지 온도를 올려 탄화하여 탄소섬유를 제조하였고 구조 분석을 위해 XRD와 Raman 분광분석을 이용하였다. XRD를 통해  $d$ -spacing과  $L_c$ 를 구한 결과 승온속도에 관계없이 비슷한 값을 갖는 것을 확인하였고 Raman 분석 또한 이를 통해  $L_a$ 를 계산한 결과 모든 조건에서 비슷한 결과를 나타내었다. 하지만, 기계적 물성인 강도 및 탄성률을 측정하였을 때 두 승온속도 조건에서 HS의 탄소섬유는 JL과 BS의 탄소섬유에 비해 높은 값을 보였고 2 °C/min의 승온속도로 탄화한 HS의 탄

소섬유가 4.1 GPa의 강도와 253 GPa의 탄성률로 가장 높았다. XPS를 통해 화학적 구조를 분석한 결과  $sp^3$ 의 함량이 증가함에 따라 강도가 증가하는 경향성을 확인하였고 이는 탄소섬유의 기계적 물성이  $sp^3$  구조에 많은 영향을 받는 것을 알 수 있었다.

**감사의 글:** 본 연구는 한국산업통상자원부 탄소밸리사업의 라지토우탄소섬유 생산기술 및 중간재 개발과제 및 한국과학기술연구원(KIST) 기관고유사업의 재원으로 수행된 연구로 이에 감사를 드립니다.

## 참 고 문 헌

1. P. Morgan, *Carbon Fibers and Their Composites*, CRC Press, Taylor & Francis Group, Boca Raton, 2005.
2. E. Fitzer and D. J. Müller, *Carbon*, **13**, 63 (1975).
3. P. J. Goodhew, A. J. Clarke, and J. E. Bailey, *Mater. Sci. Eng.*, **17**, 3 (1975).
4. J. E. Beltz and R. R. Gustafson, *Carbon*, **34**, 561 (1996).
5. M. S. A. Rahaman, A. F. Ismail, and A. A. Mustafa, *Polym. Degrad. Stab.*, **93**, 1421 (2007).
6. E. Frank, L. M. Steudle, D. Ingildeev, J. M. Spörl, and M. R. Buchmeiser, *Angew. Chem., Int. Ed.*, **53**, 5262 (2014).
7. E. Fitzer, W. Frohs, and M. Heine, *Carbon*, **24**, 387 (1986).
8. S. Lee, J. Kim, B. C. Ku, J. Kim, and H.I. Joh, *Adv. Chem. Eng. Sci.*, **2**, 275 (2012).
9. S. Lee, J. Kim, B. C. Ku, J. Kim, and Y. Chung, *Carbon Lett.*, **12**, 26 (2011).
10. M. A. Kim, D. Jang, S. Tejima, R. Cruz-Silva, H. I. Joh, H. C. Kim, S. Lee, and M. Endo, *Sci. Reports*, **6**, 22988 (2016).
11. J. S. Tsai, *J. Mater. Sci. Lett.*, **12**, 1114 (1993).
12. J. S. Tsai, *J. Mater. Sci. Lett.*, **15**, 835 (1996).
13. A. Ju, S. Guang, and H. Xu, *Carbon*, **54**, 323 (2013).
14. Y. Zhu, M. A. Wilding, and S. K. Mukhopadhyay, *J. Mater. Sci.*, **31**, 3831 (1996).
15. X. Qin, Y. Lu, H. Xiao, Y. Wen, and T. Yu, *Carbon*, **50**, 4459 (2012).
16. A. C. Ferrari and D. M. Basko, *Nat. Nanotechnol.*, **8**, 235 (2013).