

황산-탄소섬유 층간화합물에서 얻은 잔류화합물의 특성

김인기 · 최상훈 · 고영신*

한양대학교 무기재료공학과

*서울교육대학교 부설 탄소화학연구소

(1993년 9월 15일 접수)

Properties of Residue Compounds Obtained from H_2SO_4 -Carbon Fiber Intercalated Compound

In Ki Kim, Sang Heul Choi and Young Shin Ko*

Dept. of Inorganic Material Eng., Hanyang University

*Institute of Carbon Chemistry, Seoul National University of Education

(Received September 15, 1993)

요 약

P100, M40, TZ307, T300 등 4종류의 탄소섬유를 이용하여 황산-탄소섬유 잔류화합물을 제조하였다. 층간삽입 반응이 잘 일어난 섬유일수록 d_{002} 값의 변화가 적고, 반면 섬유의 직경변화가 커지는 결과를 나타내었다. 이와같은 상반된 결과는 탄소섬유내에 균열을 발생시키는 원인이 되었을 것으로 생각된다. 잔류화합물의 비저항 역시 직경변화율이 클수록 높게 나타나, 탄소섬유의 잔류화합물에서 전기적 특성은 구조의 파괴에서 오는 영향을 크게 받는다는 것을 알 수 있었다. UV 반사스펙트럼에서 모든 잔류화합물들은 초기 섬유보다 반사율이 감소하였으며 에너지적으로 안정한 상태에 있었다.

ABSTRACT

The residue compounds of sulfuric acid-carbon fiber system were obtained from P100, M40, TZ307, and T300 fibers. The fibers which easily formed intercalation compound had small change of d_{002} value, but, large change of diameter of fiber. It was considered that the cracks in carbon fiber were due to the this conflicting result. The resistivities of residue compound of carbon fibers were increased with the large change of diameter of fibers. It is thought that the reason of our results is increasing defects such as crack in fibers. From the UV reflection spectra, it was found that reflectances of residue compounds were all decreased and the residue compounds were more stable than intercalation compounds.

1. 서 론

대부분의 층간화합물들은 압력이나 농도와 같은 합성된 조건에서 벗어나게 되면 불안정한 상태가 되어 deintercalation되면서 이들이 갖는 특성의 많은 부분을 잃어버리게 된다. 이러한 분해반응은 수분이나 산소 또는 열에 의하여 촉진되고¹⁻³⁾ 층간화합물을 이루는 기질, 즉 흑연구조의 발달정도나 그것이 단결정인가 다결정인가에 따라 분해반응 양상이 달라지게 된다⁴⁾. CVD 법으로 제조한 알칼리-흑연 층간화합물에서 삽입물질은 층간화합물 형성온도보다 그리 높지 않은 온도에서 쉽게 빠

져나가며 황산-흑연 층간화합물들은 수분과의 접촉에 의해서 빠른 분해반응을 일으키게 된다. 다결정질인 인조흑연의 층간화합물에서 삽입물질의 2/3는 쉽게 잃어버리고 1/3은 화학물 내부에 강하게 결합되어 빠져나오지 못하게 되는 잔류화합물(residue compound)의 상태로 된다. 잔류화합물의 조성은 본래 흑연의 종류와 완전도에 강하게 의존하게 되는데 천연흑연의 큰 결정으로부터 얻어진 층간화합물의 경우 거의 완전히 분해될 때까지 서서히 진행되며 다결정의 작은 흑연으로부터 얻어진 층간화합물의 경우 분해가 더 빠르고 인조흑연의 경우처럼 어떤 일정한 조성의 잔류화합물로 된다⁵⁾.

삽입물질이 흑연결정속에서 잔류하고 있는 위치는 격자결합이나 결정입계, 쌍정, 공공 등의 특수한 위치에 잔류하며⁶⁾ 그 구조는 불규칙하다고 알려져 왔으나 Chung의 연구에 따르면 전자회절 연구로부터 배향성이 좋은 열분해 흑연과 친연결정을 사용한 잔류화합물은 증간화합물과 유사한 내부 층배열을 갖고 있다는 사실을 발견하였는데 이는 잔류하고 있는 삽입물질의 99%가 결합에 존재한다는 기존의 의견과는 상반된 것이다. 잔류화합물과 증간화합물간의 유사성을 magnetoreflection과 Raman 연구로부터 증명한 논의도 있다⁷⁾.

현재 탄소섬유의 잔류화합물에 관한 연구는 거의 이루어지지 않았다. 따라서 본 연구에서는 결정구조 발달 정도가 다른 P100, M40, TZ307, T300 등 4종의 탄소섬유에 황산을 증간삽입시킨뒤, 이로부터 얻어낸 잔류화합물에 대하여 구조적 특성과 전기적 성질, 광학적 성질을 논의한다.

2. 실험방법

2.1. 시 료

본 실험에서 사용한 탄소섬유는 P100, M40, TZ307, T300 등 4종이었다. 이들은 흑연결정의 발달 정도에 따라 선택한 것으로 P100 섬유는 미국 Amoco社에서 시판하고 있는 mesophase pitch계 흑연섬유로 4종의 섬유중에서 흑연결정이 가장 잘 발달하였다. M40섬유와 T300섬유는 일본 Thoray社 제품으로 전구체인 polyacrylonitrile (PAN)을 열처리하여 제조한 흑연섬유이다. M40섬유는 흑연화를 거친 섬유이어서 결정이 잘 발달하였으나 T300 섬유는 탄화과정만 거친 탄소섬유이어서 흑연결정이 발달하지 못했다. 국내 대광섬유社의 제품인 TZ307 섬유 역시 PAN계 탄화섬유로 흑연결정이 발달하지 못했으나 T300보다는 결정도가 약간 높다. 이 섬유들은 사이징(sizing)처리가 되어 있어 사용하기 앞서 질소분위기 하에서 500°C 1시간 열처리 하였고, 잔류화합물의 제조에 사용한 황산과 산화제 CrO₃는 일본 松野園製藥所 및 堀製藥株式會社 제품의 1급 시약이었다.

2.2. 잔류화합물의 제조

잔류화합물을 제조하기 위해서는 먼저 증간화합물을 만들어야 한다. 섬유 증간화합물의 제조는 화학적 산화법으로 하였다. 사이징이 제거된 각 섬유 0.2 g을 30분간 농도가 0.4 wt%인 CrO₃/H₂SO₄ 용액에 담구어 증간화합물을 합성한뒤, 97% 황산으로 충분히 세척하여 산화제를 제거하였다. 잔류화합물은 얻어진 증간화합물을 2/1의

증류수로 세척하여 제조하였다. 증간화합물을 합성한후 시료 표면에 다량의 황산이 남아있어 증류수 세척시 물과 황산의 급격한 발열 반응으로 인해 화합물이 구조적으로 파괴될 수 있기 때문에 먼저 80, 60, 40 wt%의 희석된 황산용액으로 단계적으로 세척한 후 최종적으로 증류수로 세척하였다.

2.3. 물성 측정

각 섬유와 이들의 잔류화합물의 구조적 특성과 회절선의 강도 및 폭으로부터 흑연화정도를 확인하기 위하여 Debye Scherrer법(Rich. Seifert & Co., ISODEBYEFLEX 3000)과 디프랙토미토(Instrumentation Co., FR509)법을 사용하여 X선 회절분석을 하였다. 사용된 입사빔은 모두 CuK α 였다. 초기 섬유 및 잔류화합물 비저항 측정은 4점법으로 하였고 단자간 거리는 0.509 cm, 전류원은 Yokogawa 2555를 사용하여 0.1 mA로 하였고 전압 측정은 Keithly 417 Programable Electrometer로 하였다. 측정에 사용되는 섬유는 한 가닥으로 하였으며 은 페이스트로 단자와 섬유를 접속하였다. 한편 SEM(Akashi Model DS13CS, Japan) 관찰을 통하여 각 섬유와 이들의 잔류 화합물의 미세구조와 직경을 측정하였다. 잔류화합물의 광학적 성질을 검토하기 위하여 PU8710 분산반사 장치를 부착시킨 UV/VIS spectrometer(UNICAM 8700, Phillips)를 사용하였으며 측정 파장범위는 380~900 nm(1.88~1.65 eV)였다.

3. 결과 및 고찰

P120, M40, TZ307, T300 섬유의 디프랙토미터법에 의한 X선 회절분석 결과를 Fig. 1에 나타내었다. 회절선의 강도와 폭으로부터 탄소섬유의 결정도는 P100, M40, TZ307, T300 섬유순으로 발달해 있음을 볼 수 있다. Table 1의 왼쪽 항에 Debye Scherrer법에 의하여 이들 섬유를 X선 회절분석한 결과를 실었다. P100, M40, TZ307, T300 섬유의 d_{002} 값이 각각 3.384, 3.424, 3.470, 3.493 Å으로 측정되어 이 결과로서 탄소섬유인 TZ307 섬유와 T300 섬유에 비해 흑연섬유 P100과 M40이 더 좋은 흑연구조를 가졌다는 것을 알 수 있다.

이들 섬유를 농도가 0.4 wt%인 CrO₃/H₂SO₄ 용액으로 증간삽입반응시킨 뒤, 증류수로 세척하여 얻어낸 잔류화합물의 X선 회절분석 결과를 Fig. 2에 나타내었다. 그림으로부터 잔류화합물의 회절패턴은 초기섬유가 갖는 결정도에 따라 나타난 회절패턴을 따르고 있음을 알 수 있다. 증간화합물에서 삽입물질이 빠져나오는 deinterca-

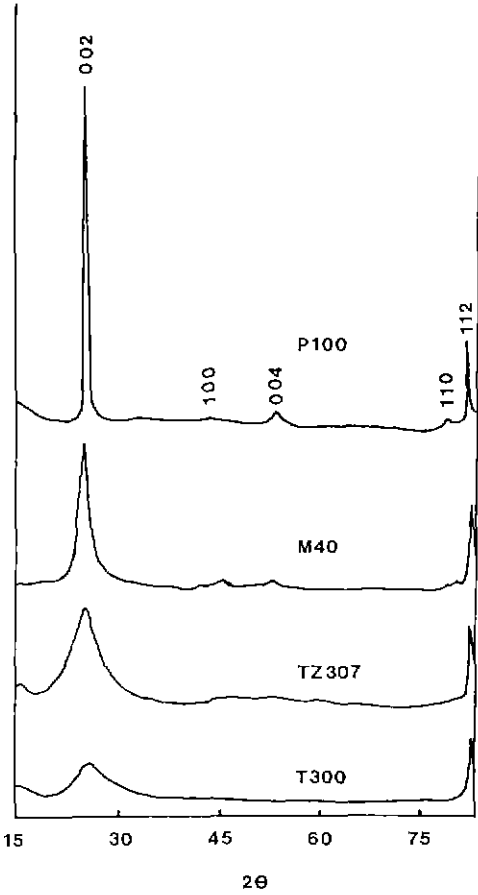


Fig. 1. X-ray diffraction patterns of P100, M40, TZ307, T300 fibers.

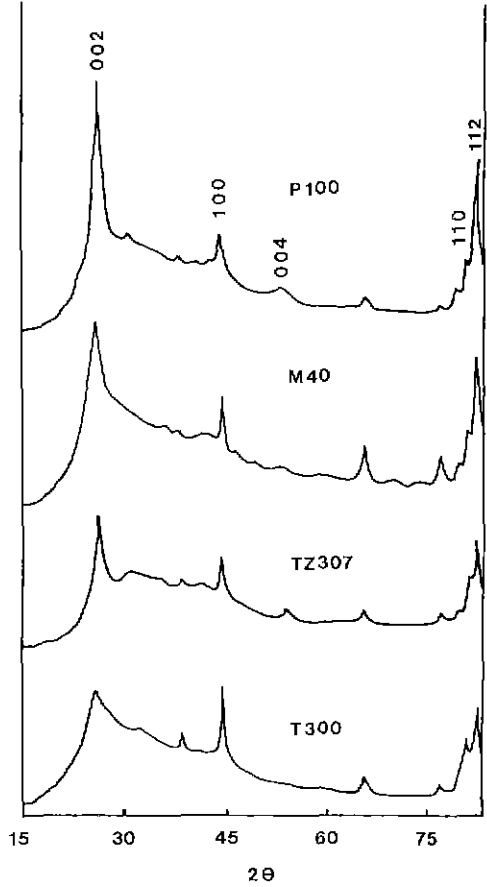


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of residue compounds of P100, M40, TZ307, T300 fibers.

lation 과정은 비가역적이다³⁾. 다량의 세척에 의해 삽입 물질을 흑연층내에서 제거시키고자 하여도 소량의 삽입 물질이 층내에 잔류하게 된다. 따라서 이들 잔류 삽입 물질들로 인하여 X선 회절분석에서 나타나는 회절패턴의 기본 모양은 초기 섬유의 구조가 갖는 회절 패턴을 따르지만 회절선의 강도와 폭은 달라지게 되리라는 것을 예상할 수 있다. 이러한 사실은 Fig. 2에서 잔류화합물들의 회절선 강도가 초기 섬유에 비해 크게 감소한 점과 $2\theta = 25^\circ \sim 45^\circ$ 사이에 비정질 구조가 갖는 회절 패턴을 나타내고 있다는 점으로부터 확인할 수 있다. 특히 $2\theta = 25^\circ \sim 45^\circ$ 사이에서의 비정질형 회절 패턴으로부터 흑연층내에 잔류하고 있는 삽입물질들이 매우 불규칙하게 자리잡고 있다는 것을 알 수 있다. 이들 잔류화합물들에 대한 Debye Scherrer법에 의한 X선 회절분석결과를 Table 1의 오른쪽 항과 Fig. 3에 실었다. 흑연섬유인 P100 섬유의 잔류화합물에서 d_{002} 값이 초기섬유와 동일하게

3.384 \AA 으로 측정되었고 M40, TZ307, T300 섬유에서는 각각 3.434 \AA , 3.481 \AA , 3.499 \AA 으로 초기 섬유보다 약간 증가하였다. Fig. 3에 Debye Scherrer film 사진으로부터 d_{002} 값의 증가상황을 육안으로 관찰할 수 있다.

Table 2는 이들 4종의 섬유와 잔류화합물의 d_{002} 값과 그 변화율을 보여주고 있다. 흑연구조에서 층간삽입 반응은 삽입물질이 탄소층 사이에 끼어들어가는 형태이므로 삽입물질의 크기에 해당하는 거리만큼 탄소층간거리가 증가하게 된다. 반대로 탄소층간에서 삽입물질이 빠져나오는 deintercalation 과정을 거치면 탄소층간거리가 줄어들게 되는데, 만일 삽입물질이 탄소층간에서 용이하게 거의 모두 빠져나오게 된다면 초기 섬유가 갖는 탄소층간거리로 되돌아가게 되어 X선 회절분석결과 Table 2의 P100 섬유에서 보여주는 것처럼 초기섬유와 잔류화합물간의 d_{002} 값은 변화가 없을 것이다. 반대로 삽입물질이 탄소층간에서 빠져나오기 어렵게 된다면 잔

Table 1. X-ray Diagram of P100, M40, TZ307, T300 Fibers and Their Residue Compounds

(a) P100 Fiber

Pristine fiber			Residue compound	
Intensity	d(Å)	hkl	d(Å)	Intensity
vs	3.384	002	3.384	vs
m	2.130	100	2.126	w
s	1.694	004	1.691	s
m	1.232	110	1.231	m
vw	1.161	112	—	—
w	1.128	006	1.128	w

(b) M40 Fiber

Pristine fiber			Residue compound	
Intensity	d(Å)	hkl	d(Å)	Intensity
vs	3.424	002	3.434	vs
w	2.103	100	2.115	w
w	1.712	004	1.750	w

(c) TZ307 Fiber

Pristine fiber			Residue compound	
Intensity	d(Å)	hkl	d(Å)	Intensity
s	3.470	002	3.481	vs
w	2.098	100	2.103	w
vw	1.725	004	-	-

(d) T300 Fiber

Pristine fiber			Residue compound	
Intensity	d(Å)	hkl	d(Å)	Intensity
vs	3.493	002	3.499	vs
m	2.103	100	2.092	w

*vs: very strong s: strong
m: medium w: weak vw: very weak

류화합물의 d_{002} 값에 상당한 영향을 미치게 될 것이므로 Table 2의 M40, T300, TZ307 섬유유의 잔류화합물처럼 초기섬유보다 큰 d_{002} 값을 갖게 된다. 즉 구조가 발달하여 층간삽입반응과 deintercalation이 용이한 탄소섬유일수록 탄소층내에 삽입물질이 적게 존재하는 잔류화합물이 얻어지며 d_{002} 값의 변화가 적다는 것을 알 수 있다(Table 2). 따라서 Fig. 1과 Fig. 2로부터, 흑연 결정구조의 발달관점에서 본다면 T300 섬유에서보다 결정이 더 발달된 M40 섬유와 TZ307 섬유에서 d_{002} 값의 변화가 적어야 한다. 그러나 오히려 T300 섬유가 d_{002} 값의 변

화가 가장 적게 나타났다. 이것은 T300 섬유가 다른 섬유에 비해 결정이 덜 발달했음에도 불구하고 층간삽입반응이 용이하게 일어난다는 사실을 전보⁸⁾에서 밝힌 바 있어 d_{002} 값의 변화는 deintercalation이 쉽게 일어나는 T300 섬유쪽에서 크게 일어나게 되었다는 것을 말해준다.

Fig. 4~7은 P100, M40, TZ307, T300 섬유와 이들의 잔류화합물에 대한 외관과 파단면을 보여주는 전자현미경 사진이다. 초기의 탄소섬유가 잔류화합물로 되었을 때 표면상태가 크게 달라지지 않았고, 파단면 관찰에 있어서도 층간 삽입과 deintercalation 과정에 의해 섬유가 손상된 징후는 크게 나타나지 않는다. 그러나 직경이 커진 것을 관찰할 수 있다. 초기의 섬유는 층간삽입반응에 의해 흑연층간 거리가 늘어나면서 섬유의 직경은 팽창한다. 이들의 층간화합물이 잔류화합물로 되는 deintercalation 과정을 거치면서 Table 1과 Table 2의 P100 섬유의 X선 회절분석결과에서 예상되었듯이 섬유의 직경 또한 본래의 크기로 되돌아가야 할 것이다. 그러나 Table 3에 나타난 4종의 섬유와 그 잔류화합물의 직경변화를 보면 P100 섬유의 경우에 있어서는 14.2%의 큰 직경 증가율을 나타내고 있고 나머지 3종의 섬유에서는 흑연구조가 발달할수록 작아지고 있다. 이점에 대해서는 아래 비저항 변화와 관련시켜 자세히 논의한다.

Table 2의 X선 회절분석결과와 Fig. 4~7 및 Table 3의 미세구조 관찰에서 나타난 이러한 상반된 결과는 다음과 같은 사실을 또한 의미한다. 초기의 섬유가 층간삽입반응에 의해 팽창한 후에 deintercalation이 일어나면 섬유의 직경변화는 거의 없이 흑연구조내의 탄소층간거리만 수축한다는 것이다. 이러한 수축거리를 보상하기 위하여 섬유구조내에 미세균열과 같은 많은 결함이 발생되어야 한다. P100 섬유의 경우 직경증가율이 매우 커서 SEM 관찰에서는 명확히 나타나고 있지는 않지만, 상당히 많은 결함이 발생되어 P100 섬유가 구조와 관련되어 구비하고 있는 특성을 상당량 잃어버릴 것으로 예상할 수 있다 M40, TZ307, T300 섬유에 대해서도 마찬가지로 적용될 것이라고 생각할 수 있다. 이러한 점은 다음의 비저항측정 결과에서 잘 나타나고 있다.

Table 4는 P100, M40, TZ307, T300 섬유와 이들의 잔류화합물의 전기비저항 및 그 변화율을 나타낸 것이다. 비저항값의 변화는 섬유별로 큰 차이를 나타내고 있는데, P100섬유는 비저항이 초기 175 $\mu\Omega\text{cm}$ 이었던 것이 잔류화합물이 되면서 531 $\mu\Omega\text{cm}$ 로 약 300%가 증가하였다. M40 섬유는 초기 1045 $\mu\Omega\text{cm}$ 에서 968 $\mu\Omega\text{cm}$ 로 오히려 감소하였고, TZ307섬유는 1423 $\mu\Omega\text{cm}$ 에서 1437 $\mu\Omega\text{cm}$ 로

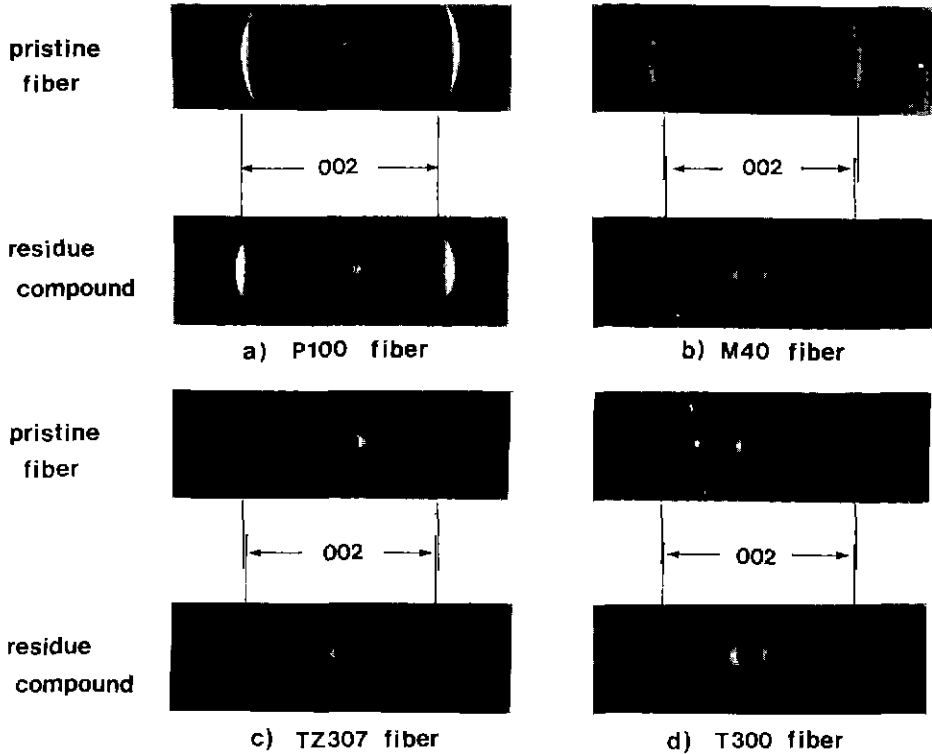


Fig. 3. Debye scherrer films of P100, M40, TZ307, T300 fibers and their residue compounds.

Table 2. d_{002} of Pristine Fibers and Residue Compounds

	Pristine fiber(\AA)	Residue compound(\AA)	Δd (\AA)	Δd (%)
P100	3.384	3.384	0	0
M40	3.424	3.434	0.010	0.29
TZ307	3.470	3.481	0.011	0.32
T300	3.493	3.499	0.006	0.17

Table 3. The Diameters of P100, M40, TZ307, T300 Fibers and Their Residue Compounds

	Diameter of pristine fiber (μm)	Diameter of residue compound (μm)	Increment of diameter (%)
P100	7.3	10.4	14.2
M40	7.2	7.4	2.8
TZ307	6.8	7.0	2.9
T300	6.7	6.9	3.0

1% 증가하였고, T300 섬유는 $1537 \mu\Omega\text{cm}$ 에서 $1761 \mu\Omega\text{cm}$ 로 14.6% 증가하였다. Table 3와 Table 4을 비교해 보면 비저항의 증가율 순서가 직경 변화율 순서와 일치하고 있음을 볼 수 있다. 즉 잔류화합물에서의 전기 비저항은 탄소층내에 잔류하고 있는 삽입물질들의 영향보다 구조의 손상에서 오는 원인에 의해 크게 영향을 받는다는 것을 알 수 있었다.

T300 섬유의 경우 비저항 증가율이 P100 섬유 다음으로 높은 14.6% 증가를 보이고 있다. 전보⁸⁾에 의하면 T300 섬유가 결정구조 발달은 가장 나쁘지만, 층간화합물 형성시 층간삽입반응이 일어난 부분이 많고 초기

Table 4. The Resistivities of P100, M40, TZ307, T300 Fibers and Their Residue Compounds

	Resistivity of pristine fiber ($\mu\Omega \cdot \text{cm}$)	Resistivity of residue compound ($\mu\Omega \cdot \text{cm}$)	Increment of resistivity (%)
P100	175	531	303
M40	1045	968	-7.4
TZ307	1423	1473	1.0
T300	1537	1761	14.6

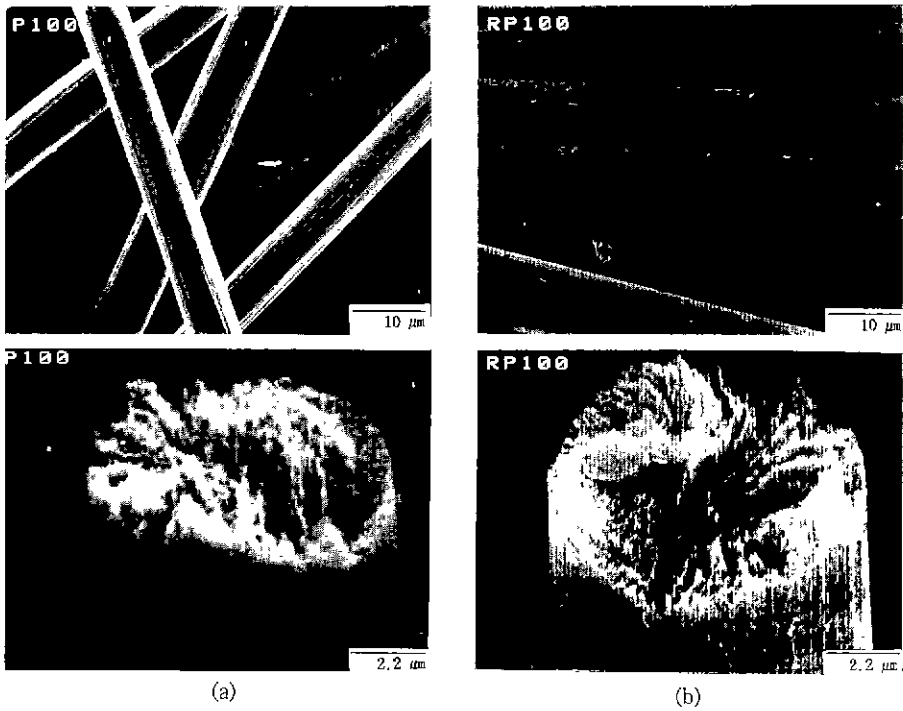


Fig. 4. SEM photographs of P100 fiber and its residue compound.
(a) pristine P100 fiber (b) residue compound of P100 fiber

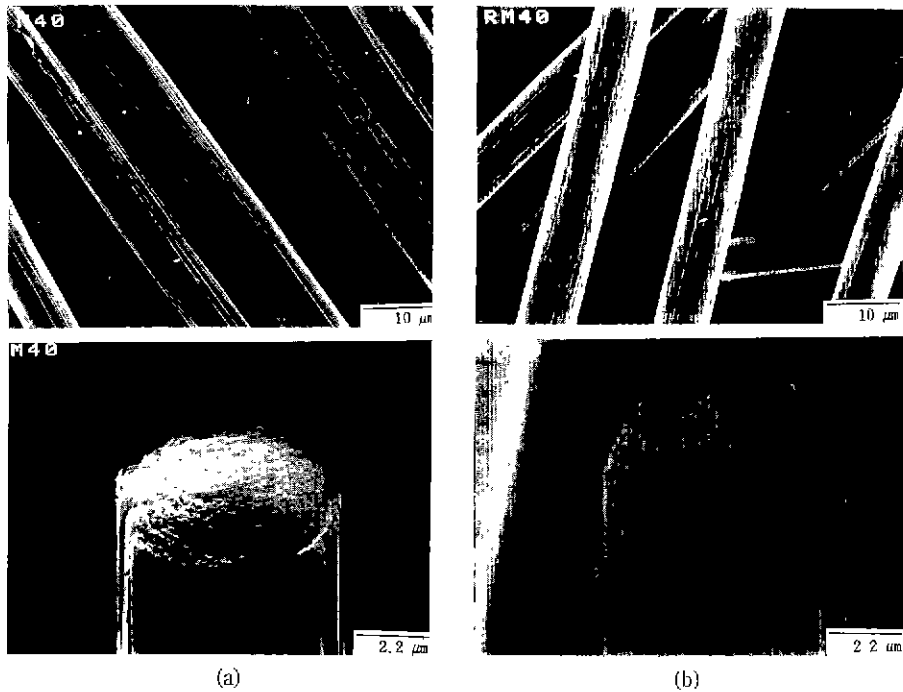


Fig. 5. SEM photographs of M40 fiber and its residue compound.
(a) pristine M40 fiber (b) residue compound of M40 fiber

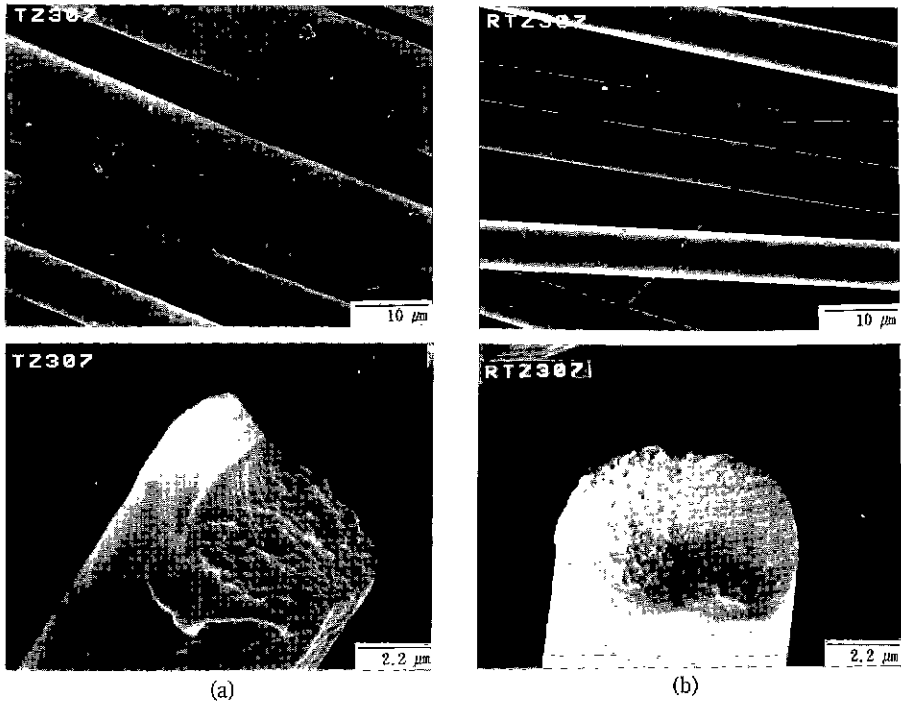


Fig. 6. SEM photographs of TZ307 fiber and its residue compound.
(a) pristine TZ307 fiber (b) residue compound of TZ307 fiber

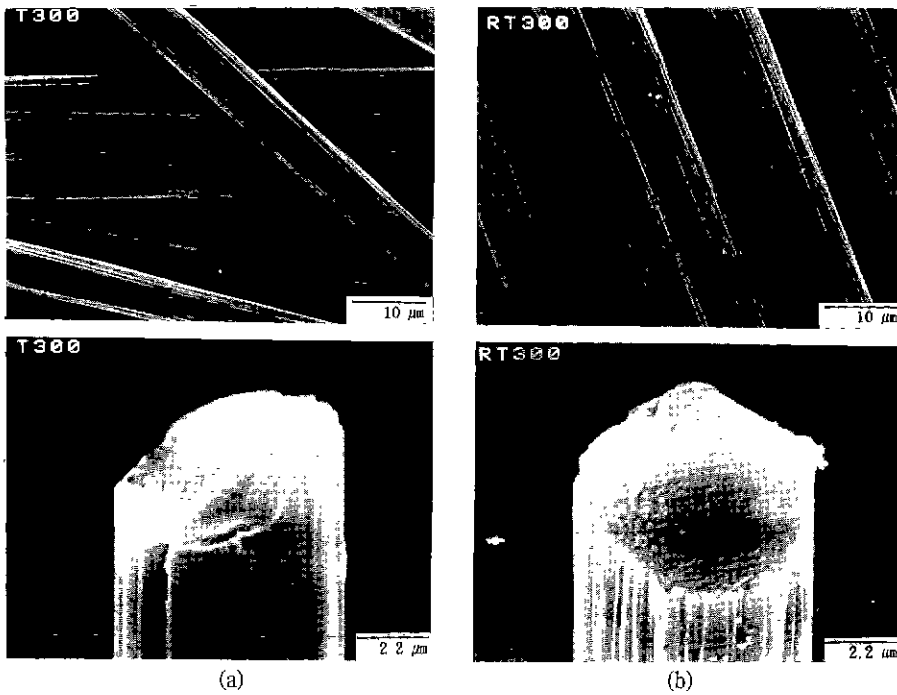


Fig. 7. SEM photographs of T300 fiber and its residue compound.
(a) pristine T300 fiber (b) residue compound of T300 fiber

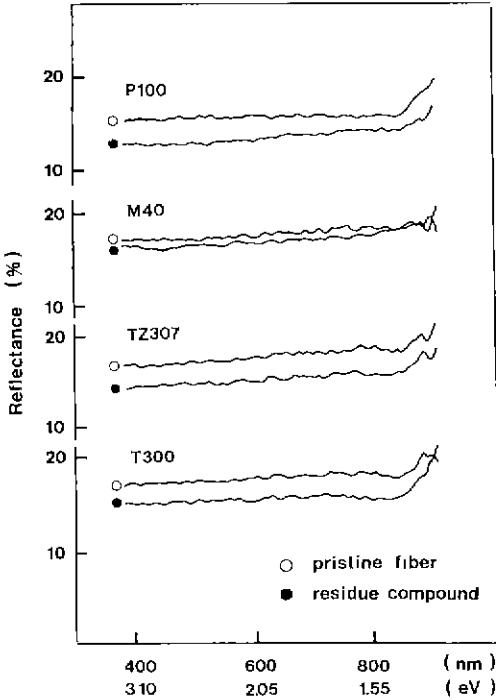


Fig. 8. Evolution of UV/VIS reflectance spectra between 380~900 nm for P100, M40, TZ307, T300 fibers and their residue compounds.

섬유의 상태로 남아있는 부분이 적다는 것이 X선 회절 분석으로부터 확인되었다. 따라서 T300 섬유가 M40이나 TZ307 섬유보다 층간화합물 형성이 용이하고 직경변화가 커서, 잔류화합물 형성시 비저항 증가율도 커졌을 것으로 생각된다. M40 섬유는 흑연섬유이긴 하지만 섬유의 일부분만이 층간화합물을 형성할 뿐 대부분 초기 섬유의 상태로 남아있게 된다. 따라서 M40 섬유층간화합물로부터 잔류화합물을 제조할 때 다른 섬유처럼 직경의 변화는 적을 것이며 이에 따른 구조적 결합의 발생요소도 적어 비저항 증가율이 작을 것으로 예측되었다. 그러나 실험결과에서는 Table 3에서처럼 M40 섬유층간화합물의 직경변화율은 작았으나 비저항은 초기의 섬유보다 오히려 7.4%가 낮아진 968 $\mu\Omega\text{cm}$ 로 측정되는 이상현상이 나타났다. 이점에 대해서는 원인이 아직 명확하게 밝혀지고 있지 않아 계속 연구중인데, 복잡한 구조를 갖는 PAN계 탄소섬유 M40이 층간삽입반응과 deintercalation 과정을 거치면서 구조의 복잡한 변환작용에 의하여 전도전자가 증가했기 때문이라고 사료된다.

Fig. 8은 P100, M40, TZ307, T300 섬유와 이들의 잔류화합물에 대한 UV 반사 스펙트럼이다. 인상흑연이나

흑연섬유가 황산을 삽입물질로 하여 층간화합물을 형성할 때 반사를 최소화하기 위하여 UV 영역내에 존재하게 되는데, 이 반사를 최소화하는 위치는 화합물의 에너지 상태와 전기전도에 관련된 운반자 농도와 관련이 있어서, 이로부터 화합물의 안정성과 전기적 성질에 관한 정보를 얻게 된다⁹⁾. 층간화합물이 deintercalation 되면 반사율 최소화는 점차 낮은 에너지 상태쪽으로 이동하다가 IR영역으로 넘어가는데, 이 때 많은 양의 삽입물질이 층간화합물로부터 빠져나와 흑연구조로 접근해가거나 잔류화합물 상태에 이르게 된다^{10,11)}.

각 섬유들의 잔류화합물에 대한 반사율 곡선을 보여주는 Fig. 8에서 각 섬유들의 반사율 최소치를 나타내는 반사대는 나타나고 있지 않고 거의 일정한 반사율 곡선을 그리고 있다. 이는 반사율 최소치가 이미 낮은 에너지 상태의 IR 영역으로 이동해 가서 화합물들은 안정한 상태에 도달했다는 것과 층간화합물의 높은 전기전도도에 기여했던 운반자들이 소멸했다는 것을 의미한다. 초기 섬유에 비해 이들 각각에 대한 잔류화합물들의 반사율은 전체적으로 낮아졌는데 이는 흑연층내에 잔류하고 있는 황산이온에 의해 에너지 흡수가 일어나기 때문이다. M40 섬유와 이의 잔류화합물의 반사율은 다른 섬유에 비하여 소폭의 차이를 보이고 있어 층내에 잔류하는 황산이온의 양이 다른 것에 비해 적고 안정한 상태에 있는 것으로 생각된다.

4. 결 론

구조발달이 다른 4종의 탄소섬유 P100, M40, TZ307, T300 등에 황산을 층간삽입시킨 뒤 이로부터 제조한 잔류화합물의 구조적 특성과 전기적 성질 및 과학적 성질을 초기섬유의 특성과 비교 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. P100, M40, TZ307, T300 섬유의 잔류화합물의 d_{002} 값은 각각 3.384, 3.434, 3.481, 3.499 Å으로 측정되었으며, 층간삽입반응이 잘 일어나는 탄소섬유일수록 초기섬유의 d_{002} 값과의 차이가 적었다.

2. 초기의 탄소섬유가 잔류화합물을 형성할 때, 섬유의 직경변화는 d_{002} 값의 변화가 작을수록 직경 변화가 크게 증가하였다. 이러한 상반된 양상은 탄소섬유내에 균열과 같은 결함을 유발시키는 동기가 되었을 것이라고 생각한다.

3. 각 섬유의 비저항 증가율은 d_{002} 값의 변화가 작고 직경변화율이 클수록 크게 나타나서, 잔류화합물의 전기적 성질은 탄소층내에 잔류해 있는 삽입물질의 영향

보다 구조의 손상에서 오는 원인에 의해 크게 영향을 받는다는 것을 알 수 있었다.

4. 잔류화합물에서 UV 반사율은 초기섬유들에 비해 전체적으로 낮아졌으며 반사율최소치는 UV영역내에서 나타나지 않아 화합물들은 안정한 상태에 도달해 있었음을 알 수 있었다.

REFERENCES

1. W.C. Forsman, T. Dziemianowicz, K. Leong and Carl, "Graphite Intercalation Chemistry," An Interpretive Review Synth. Met. Vol. 5, p. 77-100 (1983).
2. A. Ansart C. Meschi and S. Flandrois, "Stability of Graphite Fibers Intercalation with Metal Chlorides," Synth. Met., Vol. 23, p. 456-460 (1988).
3. J.G. Hooley, "The Intercalation of Graphitized Carbon Fibers and It's Removal," Carbon, Vol. 16, p. 251 (1978).
4. T. Sugiura, T. Hjiima, M. Sato and K. Fujimoto, "Stabilities of Metal-Halides Intercalation Graphite," Synth. Met., Vol. 23, p. 449 (1988).
5. G.R. Hennig, Interstitial Compounds of Graphite Progress in Organic Chemistry (Edited by F. Albert Cotton), Interscience Publishers, Inc., Vol. 1, p.125, (1959).
6. G.R. Hennig, "The Properties of The Interstitial Compounds of Graphite. III. The Electrical Properties of The Halogen Compounds of Graphite," 30(9), p. 1438 (1952).
7. Henry Selig, L.B. Ebert, "Graphite Intercalation Compound, Adv. Inorg. Chem. Radiochem," Vol. 23, p. 314 (1980).
8. 김인기, 최상훈, 고영신, "탄소섬유의 구조가 섬유층간 화합물의 구조에 미치는 영향," 요업학회지, 30(10), p. 768 (1993).
9. Won-Chun Oh, Sung-June Cho, Jong-Ho Lee and Young-Shin Ko, "A Study on the Observation of Deintercalation of Hydrogensulfate in Graphite" In Extended Abstracts of the 21th Biennial Conference on Carbon, Buffalo, p. 612 (1993).
10. S. Basu, C. Zeller, P.J. Flanders, C.D. Fuerst, W.D. Johnson and J.E. Fischer, "Synthesis and Properties of Lithium-Graphite Intercalation Compounds," Mat. Sci. Eng., 38, 257-283 (1979).
11. J.E. Fischer, "Electronic properties of Graphite Intercalation Compound," Mater. Sci. Eng., 31, p. 211-233 (1977).