P-69

화학기상증착 공정에 의한 탄소나노튜브 합성시 메카노케미컬 효과에 대한 연구

Effect of Mechanochemical Treatment in the Preparation of Carbon Nanotubes by CVD Process

유형균, 최원경, 류호진, *오성근, **Fumio Saito
한국화학연구원 화학소재연구부
*한양대학교 화학공학과
**동북대학교(일본) 소재공학연구소

1. 서론

탄소나노튜브를 합성하는 과정에서 탄소 증착물의 성장제어 문제가 과제로 남아있다. 본 연구에서는 나노튜브의 성장제어시 중요한 영향을 미치는 인자로서 화학기상증착 공정에서 사용되는 금속 촉매를 고려하고, 촉매의 제조 과정에서 고에너지 분쇄 공정을 이용하여 촉매에 메카노케미컬 처리를 하였다. 금속 촉매의 메카노케미컬 효과는 촉매의 크기를 감소시키고 입자 표면의 활성화 에너지를 증가시켜 반응성을 증가시키는 것으로 보고되고 있다. 이러한 방법으로 처리된 촉매를 열화학기상증착 공정에 이용하여 탄소나노튜브를 합성하고 일반 혼합 촉매에서 합성된 탄소나노튜브와 결정학적,형상학적 차이를 비교・분석하였다.

2. 실험 방법

열화학기상증착 공정에서 촉매로 사용된 고순도(99%)의 니켈과 수산화알루미늄은 Mixer mill을 이용하여 동일조건하에서 15분에서 120분까지 밀링을 하였다. 밀링 공정으로 준비된 starting material을 전기로에 장입하고 열화학기상증착법으로 아세틸렌 가스의 분해에 의해 탄소나노튜브 분말을 합성하였다. 촉매 표면의 산화물층을 환원시키기 위해 수소 가스를 사용하였고, 탄소나노튜브 성장 전후에 chamber의 불활성 분위기를 유지시키기 위해 아르곤 가스를 주입하였다. X-ray 회절법으로 촉매의 결정 구조를 분석하였고, SEM을 이용해서 생성된 탄소나노튜브의 형상을 관찰하고, TEM과 Raman spectroscopy를 이용해서 탄소나노튜브의 미세구조 분석 및 분광학적 평가를 실시하였다.

3. 실험 결과

밀링한 starting material의 X-ray 회절 패턴으로부터 수산화알루미늄이 비정질화되는 것이 관찰되었다. 또한 메카노케미컬 처리된 촉매 위에서 성장한 탄소나노튜브가 일반 혼합 촉매 위에서 성장한 탄소나노튜브보다 높은 수율로 얻어졌으며, 비교적 균일한 형태의 탄소나노튜브가 합성되었다.