

# 마이크로웨이브 플라즈마 화학기상증착장비를 사용하여 합성한 탄소나노튜브의 니켈 촉매층 수소 플라즈마 전처리조건에 따른 성장특성

최원석, 최성현\*, 홍병유, 김정태, 임동건\*\*, 양계준\*\*, 박영\*\*\*, 김도영\*\*\*\*, 이재형\*  
 성균관대학교 정보통신공학부, 군산대학교 전자정보공학부\*, 충주대학교 전자공학과\*\*, 한국철도기술연구원  
 전기신호연구본부 전력연구팀\*\*\*, 삼성 SDI MD 본부 개발팀\*\*\*\*

## Effect of Hydrogen Plasma Pre-treatment on Growth of Carbon Nanotubes by a Microwave PECVD Method

Won Seok Choi, Sung-Hun Choi\*, Byungyou Hong, Jungtae Kim, Dong-Gun Lim\*\*, Kea-Joon Yang\*\*, Young Park\*\*\*, Do Young Kim\*\*\*\* and Jac-Hyeoung Lee\*

Sungkyunkwan Univ., Kunsan National Univ.\*, Chungju National Univ.\*\*, Korea Railroad Research Institute\*\*\*, Samsung SDI\*\*\*\*

**Abstract :** 본 논문에서는 탄소나노튜브를 성장시키기 전 과정인 전처리시 촉매 층에 인가되는 마이크로웨이브 파워에 따른 탄소나노튜브의 성장 및 특성 변화를 관찰하였다. 촉매층으로 사용되는 Ni층과 adhesion층으로 사용되는 Ti층은 마그네트론 스퍼터링 방식으로 증착하였고, 탄소나노튜브 성장에는 마이크로웨이브 플라즈마 화학기상 증착기를 사용하였다. 탄소나노튜브의 성장특성은 평면과 단면 SEM image를 통하여 관찰하였으며, Raman spectrometer 분석을 통하여 성장된 탄소나노튜브의 구조적 특성을 알아보았다.

**Key Words :** Carbon nanotubes, pre-treatment, microwave plasma enhanced CVD.

### 1. 서 론

탄소나노튜브 (Carbon nanotubes; CNT)는 뛰어난 기계적 강도, 전기적 성질, 물리적 성질 열적 안정성 때문에 최근 상당한 기대를 모으고 있다[1-3]. CNT는 저 전압에서도 높은 전계방출 특성을 보임으로써 효과적인 전자방출원으로써의 가능성을 보인다. 이러한 전자방출원으로서의 활용을 위해서라면 CNT의 밀도, 길이, 직경의 조절이 요구된다. 알려진 여러 가지 합성 방법중 마이크로웨이브 플라즈마 화학기상 증착법 (Microwave Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition;  $\mu$ W PECVD)은 높은 플라즈마 이온에너지로 CNT의 저온 성장이 가능하다.

본 연구에서는  $\mu$ W PECVD를 사용하여 CNT를 합성하였다. Ni 금속 촉매 층의 수소 플라즈마 전처리의  $\mu$ W 파워에 따른 촉매 층의 변화와 이로 인한 CNTs 성장특성을 확인하였다.

### 2. 실험

본 실험에서는 스퍼터링 방식으로 합성된 Ni(10 nm)/Ti(20 nm)/Si 기판위에 CNT를  $\mu$ W PECVD 방법으로 합성하였다. CNTs의 성장조건을 표 1에 정리하였다. 전처리시의  $\mu$ W 파워에 따른 촉매 층의 모습과 합성된 CNTs의 성장형태는 Field Emission SEM (Jeol, JSM-6700F)을 사용하여 관찰하였고, 합성된 CNTs의 구조적 특성은 Raman spectrometer (Jasco, MRS-3000)를 사용하여 관찰하였다.

표 1. CNT의 합성조건

Substrate	Ni(10 nm)/Ti(20 nm)/Si
Pre-treatment gas	H <sub>2</sub> : 80 sccm
Deposition gas	CH <sub>4</sub> : 10 sccm H <sub>2</sub> : 80 sccm
Working pressure	16 Torr
Pre-treat. $\mu$ W power	600, 700, 800 W
Deposit. $\mu$ W power	800 W
Deposition time	3 minutes
Substrate temperature	600 °C

### 3. 결과 및 고찰

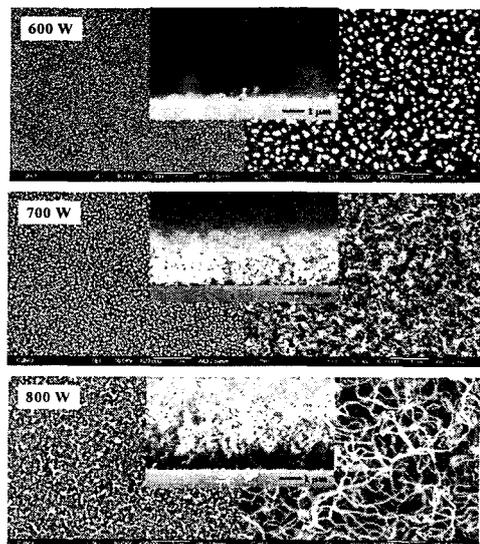


그림 1. 전처리  $\mu$ W 파워에 따른 촉매 층의 크기변화와 성장된 CNTs의 SEM 이미지.

그림 1의 좌측 평면 SEM 이미지는 수소 플라즈마 전처리  $\mu\text{W}$  파워에 따른 촉매 층의 크기변화를 보여주고 있다. 전처리 파워가 커질수록 촉매 grain의 평균 크기는 커지고 밀도는 작아지는 것을 확인할 수 있다. 그림 2의 우측 평면 SEM 이미지는 다른 조건으로 전처리된 촉매층에 동일한 조건 (800 W) 하에 합성한 CNTs의 평면 이미지이고 두 그림 사이에 각각의 단면 SEM 이미지를 삽입하였다. 600 W의 전처리  $\mu\text{W}$  파워의 경우 CNT를 합성하지 못하였고, 700 W의 경우엔 CNT 주위에 많은 양의 탄소 입자 덩어리들을 확인할 수 있었지만 높은  $\mu\text{W}$  파워 (800 W)로 전처리된 경우 이러한 비정질 탄소 덩어리들이 사라진 것을 확인할 수 있다.

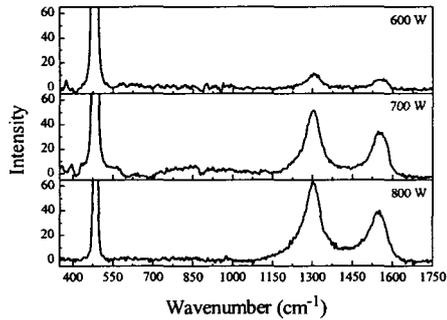


그림 2. 전처리  $\mu\text{W}$  파워에 따라 성장된 CNTs의 Raman spectra.

그림 2는 전처리  $\mu\text{W}$  파워에 따라 성장된 CNTs의 Raman spectra이다. 전처리 파워가 커질수록 Raman 스펙트럼의 강도가 향상되었고,  $I_D/I_G$  비율이 커지는 것을 확인할 수 있었다. 이는 SEM 이미지에서 확인하였듯 CNTs의 합성과 성장에 의한 영향이라고 사료된다.

#### 4. 결론

본 연구에서는 Microwave ( $\mu\text{W}$ ) PECVD를 사용하여 CNT를 합성하였다. 수소 플라즈마 전처리  $\mu\text{W}$  파워가 증가할수록 Ni 촉매 층의 평균크기가 증가하는 것을 확인하였고, 800 W의 마이크로웨이브 파워에서 40-80 nm의 폭을 가지는 잘 성장된 CNT를 확인할 수 있었다.

#### 참고 문헌

- [1] S. Fan *et al.*, Science 283 (1999) 512.
- [2] R.H. Baughman *et al.*, Science 297 (2002) 787.
- [3] V.G. Gavalas *et al.*, Nano Lett. 1 (2000) 719.