

MPECVD를 이용한 탄소나노튜브의 H₂ 및 O₂ 플라즈마 처리에 따른 특성 변화

이동진, 이재형, 박대희*, 나창운**
 군산대학교, 원광대학교*, 전북대학교**

Influence of Hydrogen and Oxygen Plasma Treatment on the Structural Properties of Carbon Nanotubes

Dong-Jin Lee, Jae-Hyeong Lee, Dae-Hee Park*, Chang-Woon Nah**
 Kunsan Nat. Univ., Wonkwang Univ. Cheonbuk Nat. Univ.

Abstract: The effect of hydrogen and oxygen plasma treatments on the structural properties of carbon nanotubes (CNTs) has been systematically investigated. The plasma treatment resulted in the removal of the amorphous carbon particles. As the plasma treatment time was longer, the CNT diameter was reduced, regardless of gas types. Especially, for the sample treated in hydrogen plasma, the catalyst metal on the tip of CNTs was eliminated.

Key Words : Carbon nanotube (CNT), Plasma treatment, Structural properties

1. 서론

21세기 꿈의 소재로 인식되고 있는 탄소나노튜브(carbon nanotube, CNT)는 1991년 이지마 박사에 의해 발견된 후 [1] 우수한 물리적, 화학적 특성으로 인해 전자 소자[2], 디스플레이[3], 수소저장[4] 등 많은 분야로의 응용이 기대되고 있다. 그러나 이들 분야에 CNT를 직접적으로 이용하기에는 많은 문제점들이 있다. 예를 들어 CNT들 사이에는 van der Waals 힘이 작용하기 때문에 다발 또는 로프 형태를 띠게 되는데, 그 결과 대부분의 용매에 대해 매우 낮은 용해도를 갖는다. 다양한 화학적 처리를 통해 용해도 및 공정성을 향상시키기 위한 많은 연구들이 이루어졌으나 이들 대부분의 방법들은 고온 및 강산에서의 화학적 처리를 수반하므로 CNT들이 짧게 잘리어지게 되어 그 응용분야가 제한되게 된다. 최근에는 이러한 열적, 화학적 처리 대신 플라즈마를 이용한 후처리를 통해 CNT의 특성을 변화시키기 위한 연구들이 활발히 진행되고 있다.

본 연구에서는 다중벽 (multi-wall) 탄소나노튜브의 구조적 특성에 미치는 산소 및 수소 플라즈마 처리 효과를 조사하였다.

2. 실험

본 연구에서는 일진 나노텍에서 생산하는 3종류(CM-95, CMP-320F, ASA-100F)의 CNT를 사용하여 플라즈마 처리를 하였다. 두 종류는 다중벽 탄소나노튜브이고, 나머지는 단일벽 탄소나노튜브이다. 이들 탄소나노튜브의 특성은 표 1과 같다.

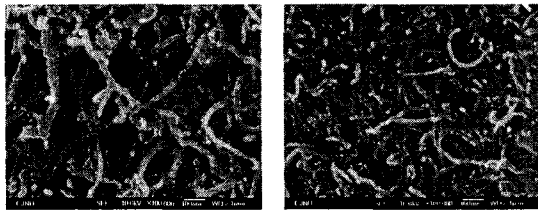
표 1. 본 실험에서 사용된 탄소나노튜브의 물성.

Property	CM-95	CMP-320F	ASA-100F
Type	Multi-wall	Thin multi-Wall	Single-wall
Diameter	10-15 nm	4-6 nm	1-1.2 nm
Length	10-20 μm	10-20 μm	5-20 μm
Purity	95 wt.%	95 wt.%	30 wt.%
Bulk Density	0.1 g/cc	0.15-0.2 g/cc	0.02-0.03 g/cc

탄소나노튜브의 플라즈마 처리에 사용된 장비는 RIE(reactive ion etching) 시스템으로 산소 및 수소 가스를 MFC(mass flow controller)를 이용하여 반응기 내로 혼합한 후 마이크로파 전원(13.65 MHz)을 인가하여 플라즈마를 발생시켰다. 사용된 전력은 150 Watt 및 300 Watt, 압력은 1 Torr, 처리 시간은 2 ~ 20분간 실시하였다.

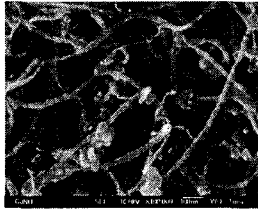
3. 결과 및 고찰

그림 1은 본 연구에서 사용된 탄소나노튜브의 플라즈마 처리 전 미세구조를 나타낸 SEM 결과이다. 그림에서 보듯이 다중벽 탄소나노튜브(CM-95)는 튜브의 직경이 약 20 nm로서 튜브들이 서로 엉켜 있는 다발 형태의 미세구조를 가지고 있다. CMP-320F의 경우 튜브의 직경은 CM-95의 경우와 비슷하나 상대적으로 나노튜브 길이가 짧으며, 밀도가 매우 높은 것을 볼 수 있다. 단일벽 탄소나노튜브의 경우 튜브의 직경이 다른 두 종류의 시편에 비해 얇고, 밀도도 낮다. 또한 많은 미세한 입자들이 관찰된다.



(a) CM-95

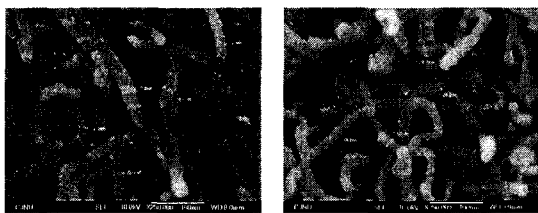
(b) CMP-320F



(c) ASA-100F

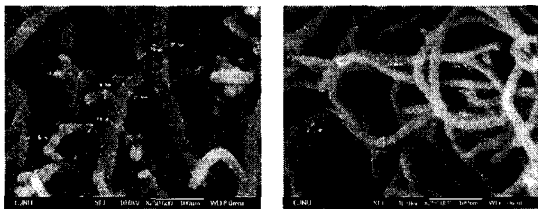
그림 1. 플라즈마 처리 전 시편의 SEM 사진

그림 2는 CM-95 시편을 2분 및 5분간 산소 및 수소 플라즈마 분위기에서 처리한 후의 미세 구조를 나타낸 것이다. 이때 플라즈마 전력은 150 Watt로 유지하였다. 산소 플라즈마에서 2분간 처리한 시편의 경우 튜브의 구조에는 큰 변화가 보이지 않으나 표면에서 관찰되던 미세한 비정질 탄소 입자들이 제거되는 것을 볼 수 있다. 처리 시간이 길어질수록 튜브 직경이 감소함을 확인할 수 있었다. 수소 플라즈마의 경우도 산소에서와 유사한 경향을 나타내었다. 그러나 산소 플라즈마에서 볼 수 있었던 튜브 끝에 존재하는 catalyst metal이 수소 플라즈마에서 처리한 시편에서는 관찰할 수 없었다.



(a) O₂, 2 min

(b) O₂, 5 min



(c) H₂, 2 min

(d) H₂, 5 min

그림 2. 플라즈마 처리 후 시편의 SEM 사진

4. 결론

본 논문에서는 폴리머 복합재료 상에서의 분산성을 향상시키기 위해 탄소나노튜브를 수소 및 산소 플라즈마로 처리한 후에 구조적 특성 변화를 관찰하였다. 기체의 중

류에 관계없이 플라즈마 처리에 의해 표면에 존재하던 미세한 입자들을 제거할 수 있었으며, 처리 시간이 길어짐에 따라 튜브의 직경이 감소함을 확인할 수 있었다. 또한 수소 플라즈마의 경우 튜브 끝에 존재하던 촉매 금속이 제거됨을 알 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 산업자원부의 지원에 의하여 기초전력연구원 (R-2005-7-100) 주관으로 수행된 과제임.

참고 문헌

- [1] S. Iijima, Nature, Vol. 354, p. 56, 1991.
- [2] P. Avouris, Chem. Phys., Vol. 281, p. 429, 2002.
- [3] W. B. Choi, D. S. Chung, J. H. Kang, H. Y. Kim, Y. W. Jin, I. T. Han, Y. H. Lee, J. E. Jung, N. S. Lee, G. S. Park, J. M. Kim, Appl. Phys. Lett., Vol. 75, p. 3129, 1999.
- [4] C. Liu, Y.Y. Fan, M. Liu, H.T. Cong, H.M. Cheng, M.S. Dresselhaus, Science, Vol. 286, p. 1127, 1999.
- [4] K. D. Ausman, R. Piner, O. Lourie, and R. S. Ruoff, J. Phys. Chem. B, Vol. 104, p. 8911, 2000.
- [5] E. T. Mickelson, I. W. Chiang, B. P. J. Zimmerman, J. Lozano, J. Liu, R. E. Smalley, R. H. Hauge, and J. L. Margrave, J. Phys. Chem. B Vol. 103, p. 4318, 1999.
- [6] Z. Gu, R. H. Hauge, R. E. Smalley, and J. L. Margrave, Nano Lett., Vol. 2, p. 1009, 2002..
- [7] J. Liu et al, Science, Vol. 280, p. 1253, 1998.