

전해에칭을 이용한 탄소나노튜브의 길이 제어

이준석*, 권순근*, 곽윤근*, 김수현*

The Length Control of Carbon Nanotube using Electrochemical Etching

Junsok Lee[#], Soongeun Kwon^{*}, Yoonkeun Kwak^{*} and Soohyun Kim^{*}

ABSTRACT

In this paper, we proposed a new method to control the length of carbon nanotube using electrochemical etching. We made a nano probe that was composed of the tungsten tip and multi-wall carbon nanotube. The nano probe was placed on the nano stage and the carbon nanotube on the nano probe was etched in the electrolyte solution with the applied voltage. The overall procedures were done under optical microscope and can be monitored. We can obtain a nano probe with proper length through this procedure.

Key Words : Multi-Wall carbon nanotube (다중벽 탄소나노튜브), Electrochemical etching (전해에칭), Tungsten tip (텅스텐 팁)

1. 서론

1991 년 Iijima¹ 에 의해 처음 탄소나노튜브가 발견된 이후, 이에 대한 많은 연구가 행해지고 있다. 특히, 탄소나노튜브의 뛰어난 기계적, 전기적 성질을 이용하여 전기소자나 SPM(Scanning Probe Microscope) 프로브로 사용되어 기존의 성능을 향상시키는 연구가 많이 진행되고 있다. 기존의 SPM 팁에 탄소나노튜브를 부착하여 그 성능을 향상 시킨 연구는 1996 년 Dai² 에 의해 처음 제안되었으며, 이것을 이용한 나노 트위저의 연구도 활발히 진행 중에 있다. 나노 트위저는 1999 년 Kim³ 에 의해 광학현미경을 이용하여 제작된 것이 처음 제안되었으며, 2001 년에는 SEM 을 이용하여 제작된 나노 트위저가 Akita⁴ 에 의해 보고되었으며, AFM 팁과 탄소나노튜브 사이의 접촉은 반데

르발스 인력에 의해 접촉되며, 접촉력을 강화시키기 위해서 SEM 내의 E-beam 을 이용하여 비정질 탄소를 접촉부분에 증착시키는 방법을 사용하였다.

그러나, 기존의 연구에서 사용된 탄소나노튜브는 직경에 비하여 길이가 길기 때문에 프로브로 적용하기 위해서는 탄소나노튜브의 길이를 적당하게 잘라야 한다. 이에 대한 연구로는 1998 년 Wong⁵ 이 제안한 방법으로, 나노 프로브에 전압을 인가하여 탄소나노튜브의 길이를 제어했다. 이 방법은 탄소나노튜브에서 결합이 있는 부분이 인가된 전압에 의해 끊어지는 방법으로, 절단 위치를 임의로 조절할 수 없는 단점이 있다.

본 연구에서는 Lim⁶ 이 제안한 전해에칭을 이용하여 탄소나노튜브를 임의의 위치에서 절단할 수 있는 방법을 제시하고자 한다.

* 접수일 : 2003 년 9 월 29 일; 게재승인일 : 2004 년 3 월 12 일
교신저자 : 한국과학기술원 기계공학과
E-mail : jameslee@kaist.ac.kr, Tel : (042) 869-3268
* 한국과학기술원 기계공학과

2. 나노 프로브 제작

2.1 텅스텐 팁 제작

본 연구에서 제시한 나노 프로브는 텅스텐 팁에 탄소나노튜브를 부착한 형태이므로, 텅스텐 팁의 제작이 선행되어야 한다. 텅스텐 팁의 제작은 기존의 전해에칭 시스템을 이용하였으며, Fig.1 에서 시스템의 전체 모습을 보여주고 있다.

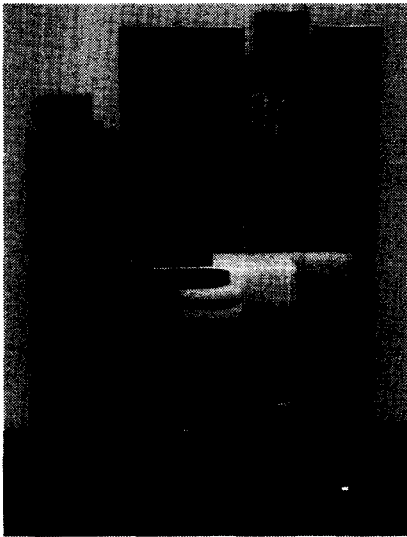


Fig. 1 Electrochemical Etching System

텅스텐 팁을 제작하기 전의 텅스텐 와이어의 지름은 500 μm 이며, 제작된 후 끝에서 1~2 μm 떨어진 지점에서 지름은 수 μm 이며, 끝 단 반경은 수백 nm가 되었다. 제작된 텅스텐은 Fig.2 에 나타나 있다.



Fig. 2 Manufactured Tungsten tip captured by optical microscope (the scale bars are 200 μm in left image and 10 μm in right image.)

Fig.2 에서 보인 것과 같이 제작된 텅스텐 팁은 탄소나노튜브를 부착하기에 적합한 크기이며, 전해에칭 및 전해연마를 통해 간단하고 짧은 시간 내에 제작 가능하다. 이렇게 제작된 텅스텐 팁은 두개가 함께 나노 프로브 제작에 이용되며, 제작 과정은 다음절에서 기술한다.

2.2 탄소나노튜브 준비

본 연구에서 사용한 탄소나노튜브는 화학기상 증착법(Chemical Vapor Deposition)에 의해 AL 기판 위에서 성장시킨 다중벽 탄소나노튜브이며, 지름은 130 nm 정도이며, 길이는 5 μm 의 짧은 것에서부터 50 μm 의 긴 것도 존재한다. 먼저, 탄소나노튜브를 IPA(Isopropyl Alcohol)에 넣은 뒤, 600W 급 Sonicator 를 이용하여 초음파 분해를 2 시간 동안 실시한다. Fig.3 은 탄소나노튜브를 초음파 분해한 뒤, 슬라이드 글라스 위에서 IPA 를 증발시킨 후 남은 탄소나노튜브를 보여주고 있다. 이것을 나노 프로브 제작에 사용하게 된다.

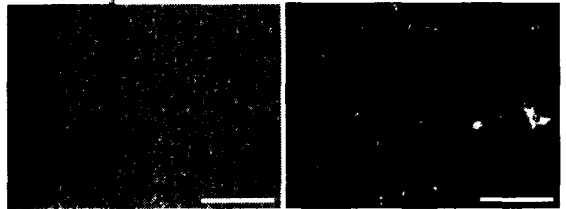


Fig.3 Carbon nanotube sonicated for 120min. Tangled carbon nanotube in left image and untangled carbon nanotube in right image captured by optical microscope. (scale bar : 30 μm)

Fig.3 에서 보이는 것과 같이 초음파 분해를 통해 일부의 탄소나노튜브는 엉킴이 끊어지지 않아서 나노 프로브 제작에 적용할 수가 없으며, 일부는 그림에서처럼 끊어진 부분이 발생하여 나노 프로브 제작에 사용 가능하다. 본 연구에서는 엉킴이 끊어진 부분의 탄소나노튜브를 사용하게 된다.

2.3 나노 프로브 제작

앞 절에서 언급한 것과 같이 텅스텐 팁과 엉킴이 끊어진 탄소나노튜브가 준비되면 나노 프로브를 제작한다. 나노 프로브의 제작은 광학현미경 환경 하에서 수행되었으며, 두개의 텅스텐 팁을

사용하였다. 제작방법에 대한 개념도는 Fig.4 에 제시되어 있다.

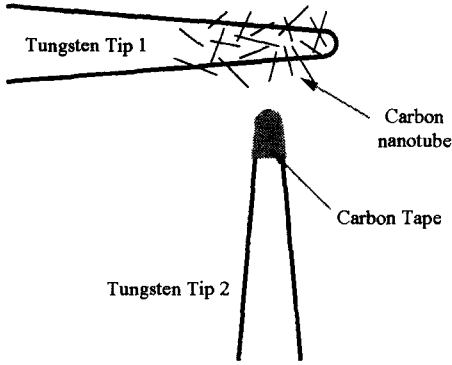


Fig.4 Schematic diagram to attach carbon nanotube on the tungsten tip

먼저, 텅스텐 팁 1 을 이용하여 슬라이드 글라스 위에 준비된 탄소나노튜브를 끊는다. 이때, 텅스텐 팁 1 에 부착되는 탄소나노튜브는 임의의 방향으로 부착되며, 엉킴이 덜 풀어진 탄소나노튜브도 부착될 수 있다. 또한, 텅스텐 팁과 탄소나노튜브 사이의 부착력은 van der Waals 이며, 그 접착력은 매우 약한 상태이다. 광학현미경을 통해 텅스텐 팁 2 에 탄소접착제를 바르는 모습이 Fig.5 에 나와 있다.

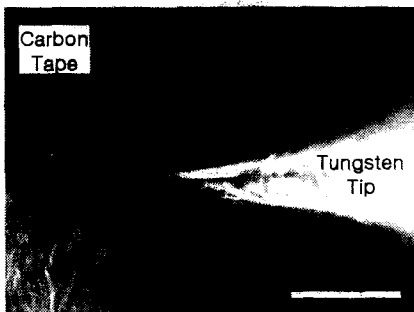


Fig.5 The image pasting carbon tape on the tungsten tip captured by optical microscope (scale bar : 30 μm)

텅스텐 팁 1 과 2 가 앞에서 언급한 것과 같이 탄소나노튜브를 붙이고, 카본 테이프를 바르면, 나노 프로브를 만들기 위한 준비가 완료된다. 나노 프로브를 만드는 것은 광학현미경을 이용하여 그

과정을 확인할 수 있다. 제작된 나노 프로브의 일례를 Fig.6 에 나타내고 있다.

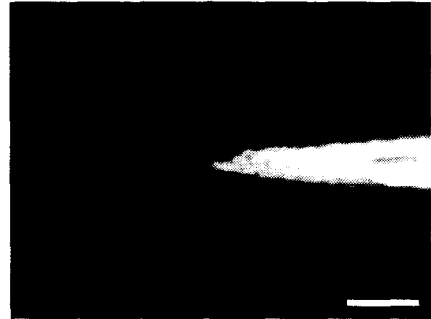


Fig.6 Manufactured Nano probe image captured by optical microscope (scale bar : 10 μm)

3. 나노 프로브 길이 제어

3.1 시스템 구성

본 연구에서 제안한 탄소나노튜브 길이제어방법은 전해에칭(Electrochemical Etching)을 이용한 방법이다. 시스템 구성은 Fig.7 과 같으며, 길이 제어 과정은 광학현미경을 통해 확인 가능하며, 탄소나노튜브 길이 제어 전후의 탄소나노튜브의 길이는 SEM(Scanning Electron Microscope)을 통해 확인한다.

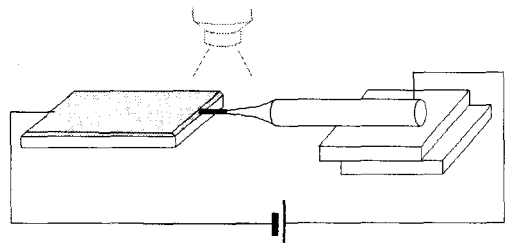


Fig.7 Schematic diagram of cutting system by electrochemical etching

본 연구에서 사용한 전해질 용액은 5M 의 KOH 수용액을 사용하였으며, PZT 를 이용한 나노스테이지를 이용하여, 나노 프로브의 움직임을 정밀하게 제어하였다. 전해질 용액을 슬라이드 글라스 위에 몇 방울 떨어뜨리면, 표면장력에 의해 일부분이 슬라이드 글라스 위에 존재하게 된다. 또한, 직류전압을 인가하여 탄소나노튜브와 전해질

용액에서 전해에칭 반응이 일어나도록 한다.

3.2 실험 결과

전해에칭을 이용한 탄소나노튜브의 절단은 간단한 시스템으로 가능하며, 프로세스 시간도 짧다. 본 연구에서 수행한 실험의 조건은 다음과 같다. 먼저, 인가전압은 KOH 의 수면 상승을 막기 위하여 20V 의 상대적으로 높은 전압을 인가하였으며, 프로세싱 시간은 약 1.3 초 가량 소요되었으며, 이는 전류의 측정을 통하여 확인하였다.

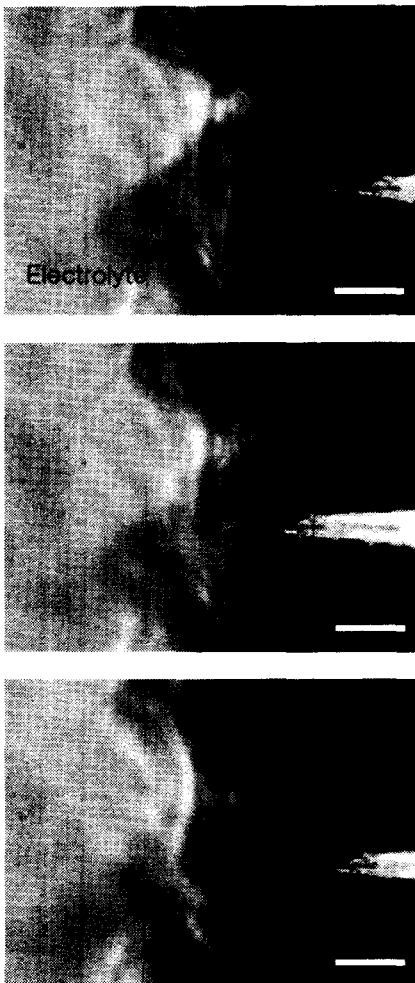


Fig.8 Process to cut carbon nanotube (top : before the cutting, middle : during the cutting, bottom : after the cutting, scale bar : 10 μ m)

또한 탄소나노튜브를 KOH 용액에 담그는 것은 잘라낼 길이를 결정한 뒤, 한꺼번에 위에서 담그는 방법을 사용하였다. Fig.8 에서 프로세스과정을 나타내고 있다.

Fig.8 에서 보이는 것과 같이, 탄소나노튜브는 전해에칭을 통해 그 길이를 제어할 수 있음을 알 수 있다. Fig.8 에서 맨 위 그림은 전해에칭을 하기 전 상태를 나타내고, 가운데 그림은 전해에칭을 하는 동안, 마지막 그림은 전해에칭후의 상태를 보여주고 있다. 광학현미경 영상을 통해서도 그 길이가 짧아졌음을 알 수 있다.

SEM 을 통해 가공 전후의 나노 프로브의 길이를 확인해본 결과 그 길이가 짧아졌음을 정확히 알 수 있으며, 위 실험에서는 약 2 μ m 정도의 길이가 짧아졌다. SEM 영상은 Fig.9 에 나타나 있다.

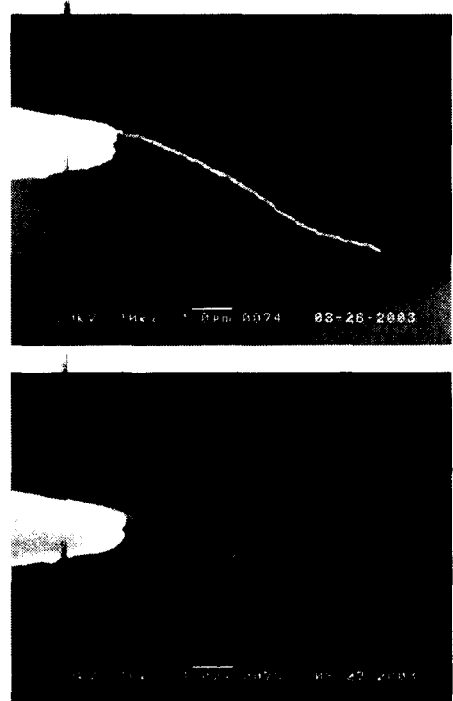


Fig.9 SEM images of nano probe before(top) and after(bottom) process

Fig.9 에서도 알 수 있듯이, 탄소나노튜브는 전해에칭을 통해 그 길이가 짧아졌다. 탄소나노튜브가 전해에칭 후, 그 성질의 변화 및 구조의 변화를 확인하기 위해 Fig.10 과 같이 탄소나노튜브 끝

단의 형상을 확인해 보았다.

Fig.10 의 그림에서도 알 수 있듯이 탄소나노튜브는 전해에칭을 통해 그 형상이 변화하지 않았으며, 굽힘 실험 등을 통하여 탄소나노튜브 자체는 전해질 용액이나 전해에칭 과정을 통하여 큰 변화를 유발하지 않는 것으로 판단되었다.



Fig.10 Magnified image of the end of nano probe

4. 결론

본 연구에서는 텅스텐 팁과 다중벽 탄소나노튜브로 구성된 나노 프로브에서 탄소나노튜브의 길이를 제어하는 방법을 제안하였다. 제안된 방법은 기존의 방법에 비해서 장치가 간단하며, 쉽게 길이를 조절할 수 있는 장점이 있으며, 원하는 지점에서 탄소나노튜브를 절단할 수 있는 특징이 있으며, 모든 과정은 광학현미경을 통해 모니터링 가능하다. 본 방법을 이용할 경우 직경에 비하여 길이가 긴 탄소나노튜브를 적절한 길이로 제어하여, 용도에 적합한 나노 프로브를 제작할 수 있다.

향후, SEM 내에서 나노 프로브를 제작하고, 그 길이를 제어할 경우, 더 정밀한 나노 프로브의 제작이 가능하다.

후 기

본 연구는 21 세기 프론티어 연구개발사업인 나노 메카트로닉스 기술개발사업단의 연구비 지원(M102KN010001-03K1401-01120)에 의해 수행되었습니다.

참고문헌

1. Iijima, S., "Helical microtubules of graphitic carbon," *Nature*, Vol.354, pp. 56 – 58, 1991.
2. Dai, H., Hafner, J.H., Rinzler, A.G., Colbert, D.T., Smally, R.E., "Nanotubes as nanoprobe in scanning probe microscopy," *Nature*, Vol.384, pp. 147 – 150, 1996.
3. Kim, P., Lieber, C.M., "Nanotube Nanotweezers," *Science*, Vol. 286, pp. 2148 – 2150, 1999.
4. Akita, S., Nakayama, Y., Mizooka, S., Takano, Y., Okawa, T., Miyatake, Y., Yamanaka, S., Tsuji, M., Nosaka, T., "Nanotweezers consisting of carbon nanotubes operating in an atomic force microscope," *Applied Physics Letters*, Vol. 79, No. 11, pp. 1691 – 1693, 2001.
5. Wong, S.S., Harper, J.D., Lansbury, P.T., Lieber, C.M., "Carbon Nanotube Tips : High-Resolution Probes for Imaging Biological Systems," *Journal of American Chemical Society*, Vol. 120, pp. 603 – 604, 1998.
6. Lim, H.J., Lim, Y.M., Kim, S.H., "Fabrication of Arbitrarily Shaped Microelectrodes by Electrochemical Etching," *Japanese Journal of Applied Physics*, Vol. 42, pp. 1479 – 1485, 2003.