

In situ 나노물성분석시스템을 활용한 나노신소재 및 환경에너지 분야 응용연구

The Development of Multi-Disciplinary Nano-Surface *In situ*
Analysis System and its Application Studies on the Latest
Electronic Device Materials and Environmental Energy Materials

이주한 | Jouhahn Lee

Advanced Nano Surface Research Group, Korea Basic Science Institute,
169-148 Daehak-ro, Yuseong-gu, Daejeon 305-701, Korea
E-mail: jouhahn@kbsi.re.kr

1. 서론

정보통신기술의 급격한 발전으로 인해서, 지난 30년간 인류문명은 가장 빠른 기간 안에 가장 정보화된 사회로 순식간에 전환이 되어버렸다. 그로 인해서 정보 디스플레이의 중요성과 개발속도는 하루가 다르게 발전되어 가고 있고 특히 저차원 신소재 및 기능성 유기물 소재 개발은 다가오는 미래의 에너지 환경 및 전자 소자의 핵심 소재로 주목을 받고 있다. 대표적인 예를 들면 OLED 같은 유기물을 이용한 차세대 전자소자 및 그래핀과 같은 저차원 물질이다. 너무나 잘 알려진 그래핀은 특유의 빠른 전자 이동속도 및 내구성 등으로 가장 주목받는 차세대 정보소재로 연구의 중심이 되어있다. 정보화 사회에서 소자는 속도, 수명, 안정성 그리고 초고집적에 의한 장비의 소형화를 추진하고 있다. 기존의 Si 기반의 전자소자의 발전엔 이미 한계에 다다르고 있으며 이를 극복하기 위해서 기능성 나노소자의 필요성이 제시된 지 이미 20년에 이르고 있다. 대표적인 유기나노소자인 OLED는 이미 차세대 디스플레이 소자로서 인정을 받고 있으며, 기존의 LCD와 차별되는 월등한 성능과 응답속도 그리고 flexible display의 강점으로 휴대폰 및 TV에서 상용화가 이미 이뤄져서 제품이 판매되고 있다. 그래핀의 응용범위는 차세대 반도체 및 디스플레이뿐 아니라 환경 및 에너지 분야에 이르기까지 다양한 영역에서 두각을 드러내면서 선진국의 연구 투자 및 경쟁은 날이 갈수록 치열해지고 있다. 그러나 차세대 나노소자가 지니고 있는 근본적인 문제점은 수명 및 효율 그리고 경제적인 대량생산에서 어려움을 해결하지 못하고 있다. 기존 무기 소자에 비해서 안정성 및 수명이 현저하게 떨어지고 효율이 낮고 대면적 생산이 어려워져서 경제적인 대량 생산이 불가능한 상황이다. 그 원인은 아직까지 유기나노소자 및 저차원 그래핀 물질에 대한 기본적인 물리

Author



이주한

1989 서강대학교 물리학과 (학사)
1993 University of Reading, UK. (석사)
2000 Dept of Physics, King's College London, UK (박사)
2000-2003 KRIS, Nano-Surface group (Post-Doc.)
2003-2004 삼성종합기술원 책임연구원
2007-현재 KAIST 물리학과 겸직교수
2004-현재 한국기초과학지원연구원 나노표면연구팀 책임연구원

적 화학적인 이해가 부족한 상태이고 그를 극복하기 위해서 세계의 첨단연구그룹에서 다양한 분석을 통한 근본적인 문제 해결 경쟁을 하고 있는 실정이다. 현재 국내에서 차세대 나노소자분석을 수행할 수 있는 장비 및 인력 인프라를 종합적으로 갖추고 있는 연구센터는 매우 부족한 현실이다.

다행이 2010년부터 한국기초과학지원연구원은 국제적으로 경쟁력이 있는 우수한 시설을 종합적으로 갖추려고 총사업비 180억 원의 예산을 들여서 차세대 융복합 나노물성분석시스템 구축사업을 진행하고 있다. 한국기초과학지원연구원 나노표면연구팀(advanced nano-surface research group, Korea Basic Science Institute)은 다양한 물질의 표면 및 계면에서 일어나는 물리적 화학적 현상을 *in situ* 상태에서 관찰하고 분석함으로써, 미래형 나노정보소재/소자 개발을 전문지원하고, 세계 최고 수준의 표면분석기술을 확보하는 것을 목표로, 분석기술 전문가들을 중심으로 활발한 연구를 수행하고 있다(2014년 SCI논문 28편 게재, 중소기업 기술이전 1건, 특허출원 10건). 현재 대덕연구단지에 위치한 한국기초과학지원연구원 내에 총 6종의 첨단 표면분석장비와 4종의 박막공정장비를 동시에 초진공 환경으로 통합시킨 *in situ* 나노물성종합물성분석시스템을 구축하고, 이를 기반으로 학교, 연구소, 산업체의 연구 및 생산 활동을 지원하고 있다. 그래서 현재 구축된 시스템의 상황과 현재까지 진행하고 있는 첨단연구를 이번 기회를 통해서 소개하고자 한다.

2. 본론

2.1 *In situ* 나노물성분석시스템 구축

차세대 나노소자 개발을 지원하기 위한 주요시스템으로서, 공정과정에서 제작된 미래형 나노소재/소자/박막이 다양한 분석기기까지 전달되는 동안 외부환경에 의한 오염이나 변형되는 것을 원천적으로 차단해서, 차세대 신물질 및 신소재의 기초물성 및 물리화학적 특성을 정밀하게 측정 분석할 수 있는 특성을 지닌 국내 유일의 시스템을 2010년부터 구축 중에 있다. '차세대 *in situ* 나노종합물성분석시스템'의 현재까지의 구성은, X선 광전자분광분석기(X-ray photoelectron spectroscopy, XPS), 주사터널링현미경(scanning tunneling microscopy, STM), 그리고 국내 최초의 유사상압 X선 광전자분광분석기(near ambient pressure X-ray photoelectron spectroscopy, NAP-XPS)와 역시 국내최초의 수차보정형 저에너지전자현미경/광전자현미경(low energy electron microscopy/photoemission electron microscopy, LEEM/PEEM)이 분석장비로 설치되어 있고, 2016년엔 각분해능자외선광전자 분광분석기(angle resolved UV photoelectron spectroscopy)가 최종적으로 설치될 예정이다. 공정장비로서 플라즈마 원자박막증착기(plasma enhanced atomic layer

deposition), 열증착기(thermal evaporator), 화학증착기(chemical vapor deposition), 이온스퍼터증착기가 설치되어 있으며, 이 모든 분석기기와 공정장비가 단 하나의 초진공 시료자동이송장치로 연결되어 있어서, 공정장비에서 만든 시료가 외부환경에 노출되지 않은 채, 전자구조를 포함한 성분분석과 토모그래피 이미지 분석을 통한 형태 및 구조 분석 데이터를 종합적으로 얻을 수 있는 기능을 가지고 있다. 2010년부터 국비예산으로 시작된 나노표면분석시스템 구축사업은 2016년 완료 예정이며, 이미 설치된 장비를 활용해서 산·학·연 연구자들의 연구를 지원하고 있다(그림1).

고분자공학관련 연구자들이 향후 많은 활용을 할 수 있도록 국내 최초로 도입된 두 장비에 대해서 개략적 설명을 드리고자 한다.

2.1.1 저에너지 전자현미경/광전자 현미경

(Low Energy Electron Microscopy/ Photoemission Electron Microscopy, LEEM/PEEM)

LEEM은 전자총에서 방출한 고에너지 전자(15-20 keV)를 전자기 렌즈로 집속하고 감속시켜 시료 표면에는 저에너지(1-100 eV)로 조사하여 시료의 파괴 없이 물질의 표면 구조를 관측하는 장비이다. 이 때, 표면에 조사되는 전자의 에너지를 변화시켜 표면 또는 깊이 방향의 정보를 얻을 수 있으며, 회절 패턴도 얻을 수 있어 투과전자현미경과 같이 영상과 회절상 모두를 분석하여 시료의 표면 및 계면의 구조를

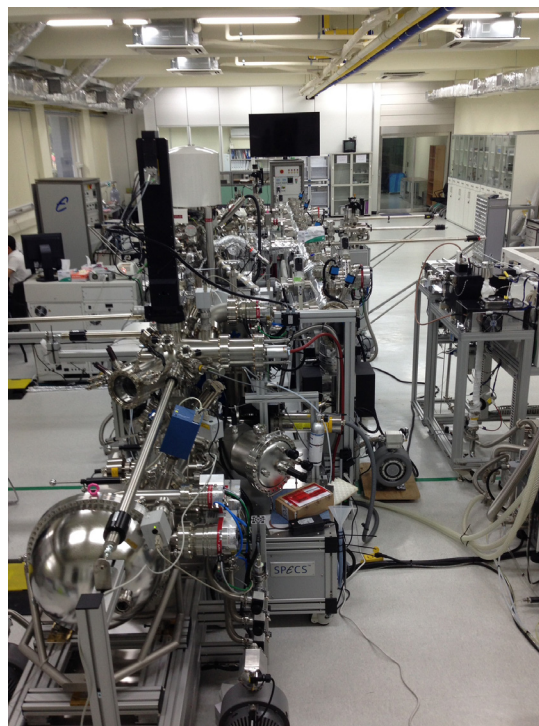


그림 1. 차세대 *in situ* 나노종합물성분석시스템 전경(KBSI 나노표면연구팀).

정확히 분석할 수 있다. 이러한 원리를 이용해 단층 촬영, 상 전이, 흡착, 박막 성장, 에칭, 승화 등 표면에서 일어나는 현상을 실시간으로 동영상으로 기록하여 메커니즘 분석이 용이하다. 특히, 상온에서의 측정뿐만 아니라, 100 K에서 1,200 K까지 시료의 온도를 조절할 수 있어 반응이 일어나는 순간을 실시간으로 포착하는 것이 가능하다. 공간분해능은 3-4 nm이지만, 수차보정기를 설치할 경우 1.4 nm의 높은 공간분해능도 얻을 수 있다. 본 연구팀에 설치된 LEEM은 수차보정기가 설치된 시스템으로 전 세계적으로 10여 대만 설치된 첨단 장비이며, 현재 2차원 물질의 성장 및 반응 메커니즘 연구를 수행하고 있다(그림 2).

PEEM은 빛을 시료에 입사시켜 튀어나오는 광전자의 공간 분포를 영상으로 측정하는 장비이다. 가속기의 빛을 이용할 경우, 입사에너지를 변화시켜 XPS imaging을 할 수 있으며, 실험실에서 사용하는 수은 램프를 통해서도 시료의 일함수 지도를 작성할 수 있다. LEEM 시스템과 결합되어 있는 경우, 헬륨램프를 이용하여 각분해 광전자 분광스펙트럼을 얻을 수 있어 시료의 전자구조를 직접적으로 측정할 수 있다. PEEM의 공간분해능은 30 nm 이하이다.

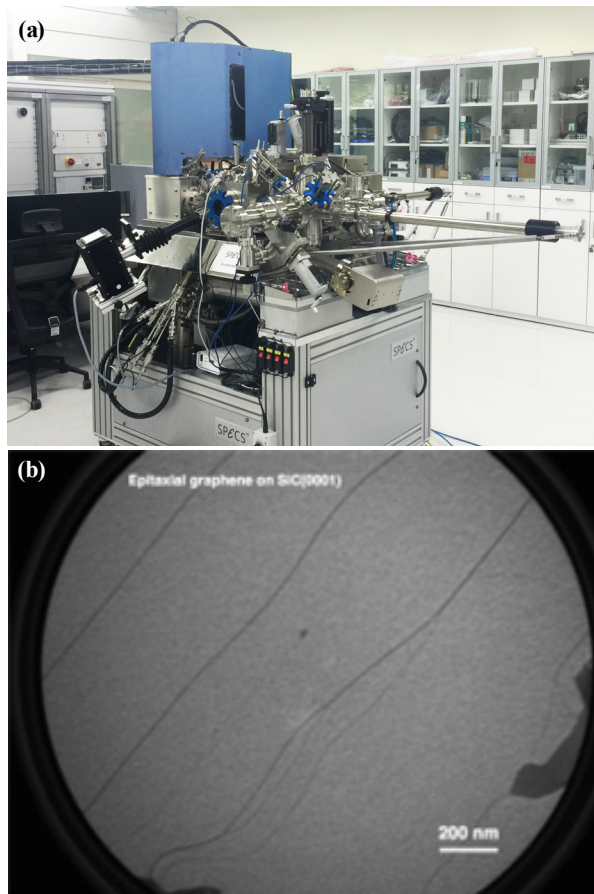


그림 2. (a) LEEM/PEEM system@KBSI, (b) LEEM image of graphene on SiC(0001).

따라서, LEEM/PEEM 시스템을 활용하면 그동안 명확하게 밝혀지지 않았던 다양한 물질의 표면 반응 또는 성장 메커니즘 규명이 이루어질 수 있을 것으로 기대한다.

2.1.2 상압형 광전자 분광분석기(Near Ambient Pressure X-ray Photoelectron Spectroscopy, NAP-XPS)

신소재 연구 및 반도체 디스플레이 등의 산업계에서 가장 널리 쓰이는 표면분석장비인 X-선 광전자분광분석기(이하 XPS)는 물리 및 화학 분야에서 정성 및 정량적으로 표면의 화학적 결합 정보와 일함수를 정확히 측정할 수 있는 가장 강력한 표면분석 장비이다. 그러나 일반적인 XPS는 초고진공 환경($< 10^{-10}$ Torr)에서 작동하므로, 액체 시료 및 수분을 포함한 시료는 분석이 불가능할 뿐만 아니라 초고진공에 적합하도록 시료를 전처리 해야 하는 등의 많은 제약이 발생하였다. 또한, 대기 상에 가까운 압력이나 액체 환경에서 작동되는 device의 특성을 분석할 때, 진공이라는 환경의 규제에 의해 분석이 불가능하였다. 그러나 첨단 차세대 소자 및 나노입자 제작의 경우, 대량생산 및 공정단계 하락을 위하여 습식공정으로 대부분 전환되고 있다. 그 결과 습식공정을 통한 소재와 소재 박막의 전자구조 분석이 요구되게 되었으며 이에 개발된 장비가 바로 상압형 X-선 광전자분광분석기(이하 NAP-XPS)이다. 물론 젖은 시료표면에서 튀어나오는 전자들의 검출률을 높이기 위해서 상압형 분광분석기를 지난 십년간 개발해왔고, 최근에 이러한 불가능의 영역이 NAP-XPS로 인해 그에 가까운 압력($>10^{-2}$ Torr) 분석이 가능하게 되었고, 많은 우수 저널에 결과가 실리고 있다. 특히 이 분석기기를 통해서 가장 주목을 받고 있는 부분은 촉매연구이다. 금속표면과 기체의 반응을 통한 계면의 전자구조의 변화를 실시간으로 관찰함으로써, 물리적 화학적 변화의 원리를 이해하고 이를 통한 촉매개발에 큰 기여를 할 것으로 기대한다.

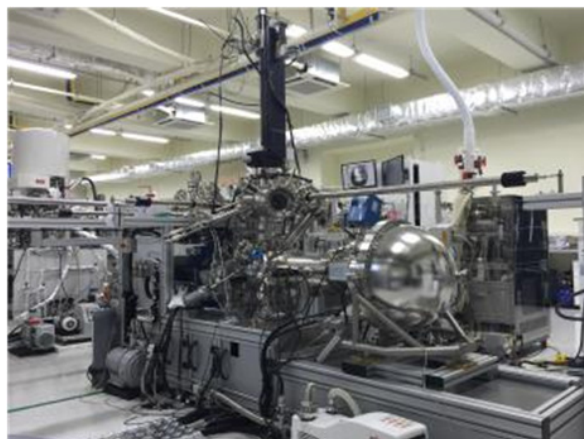


그림 3. KBSI에 국내 최초로 도입 설치된 상압형 X-선 광전자분광분석기(NAP-XPS).

2.2 저차원 신소재 나노소자의 표면/계면 분석연구

그래핀(graphene), 질화붕소(boron nitride, BN), 전이금속 칼코겐화합물(transition metal dichalcogenides, TMDCs) 등의 저차원 나노소재는 인류의 미래생활을 변화시킬 수 있는 신물질로서 주목받고 있다. 지난해부터 본격적인 연구가 시작된 2차원 신물질인 흑린(black phosphorus)은 그래핀을 대체할 수 있는 가능성이 발견되면서 더욱 다양한 주제의 저차원 연구가 진행될 것으로 기대된다. 흑린은 그래핀처럼 층 구조를 이루고 있고, 높은 전하 이동도와 고유의 에너지 밴드갭을 가진 반도체 고유의 성질을 지니고 있어서 그래핀을 대체할 차세대 반도체 소재로 관심을 받고 있다. 하지만 박막형태가 되면 전기적 성질은 좋아지지만 공기와 접촉하면 불안정해지는 취약점을 가지고 있어서 본 연구실에선 이를 해결함으로써 상대적으로 안정된 저차원 흑린 소재를 만들고 이를 다양한 응용분야에 적용하는 연구를 수행하고 있다. 최근에 흑린박막에 광촉매나노소자로 널리 쓰이는 TiO_2 를 치환시킨 흑린- TiO_2 복합체를 제조함으로써 흑린의 수분에 대한 불안정성을 해결하였다. 그리고 가시광선에서부터 근적외선까지 폭넓은 파장 범위에서 작동하는 흑린 특성을 이용하여 자외선에서만 반응하는 TiO_2 의 광촉매 작용을, 태양광 스펙트럼의 45%를 차지하는 가시광 영역까지 가능하게 하였다(그림 4). 이러한 연구 결과를 바탕으로 흑린에 TiO_2 외에도 다른 금속산화물을 치환하여 친환경 의료 분야 응용이 가능한 소재를 목표로 연구를 수행하고 있다. 아울러 저차원 나노물질은 표면으로만 이루어진 물질이라서 표면/계면의 성질에 따라 물질의 특성이 결정된다. 그러므로 차세대전

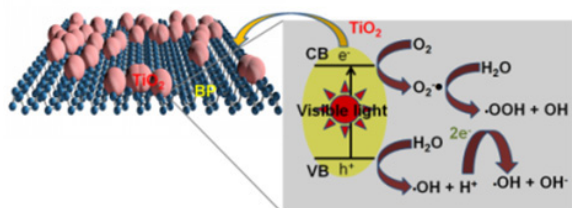


그림 4. 흑린- TiO_2 복합체 광촉매의 반응기작 및 고효율 광촉매 메커니즘 규명연구.¹

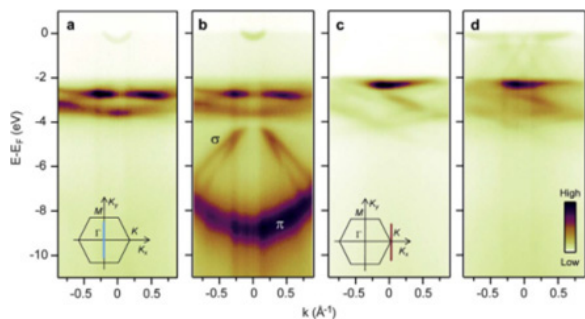


그림 5. 세계 최초로 측정된 Cu(111) 기판 위에 성장한 그래핀의 전자구조.²

자소자 개발은 원자 한 두 층만으로 이루어진 2차원 물질의 원자들 간의 배열 및 결합 등의 표면/계면 분석이 필수적이다. 본 연구팀은 첨단 표면분석을 통해서 저차원 물질의 전자 구조를 지속적으로 연구하고 있으며(그림 5), 신분석기술 구축을 위해서 국내 최초로 수차보정 저에너지 전자현미경/광전자 전자현미경을 설치하였고, 내년에는 국내최초로 DA30 분석기가 설치된 각분해광전자분광기를 도입하여 흑린을 비롯한 다양한 저차원 물질의 성장메커니즘과 전자구조분석 연구를 집중적으로 수행할 예정이다.

2.3 친환경 에너지 나노소재를 이용한 광촉매 개발

탄소나노입자는 탄소 양자점(carbon quantum dots) 또는 탄소 나노점(carbon nanodots)이라고 불린다. 일반 양자점은 작은 입자 안에 전자가 갇혀 있기 때문에 형광을 발산하며, 크기에 따라 다른 파장의 빛을 발하는 것이 특징이다. 기존 양자점은 대부분 독성이 강한 금속 원소성분으로 인해서 살아있는 세포조직을 시각화하는 바이오이미징 적용이 어렵다는 문제를 가지고 있다. 그러나 탄소나노입자는 무독성에 높은 화학 안정성을 가지며, 안정적 발광특성과 우수한 생물 적합성 등 많은 강점을 보유하고 있기 때문에 기존 양자점의 한계를 뛰어넘는 물질로서 세계적 연구경쟁이 치열하다. 본 연구팀에서는 녹조현상의 주원인인 남조류로부터 탄소나노



Simple methods
(Ultrasound irradiation/filtration; room-temperature)

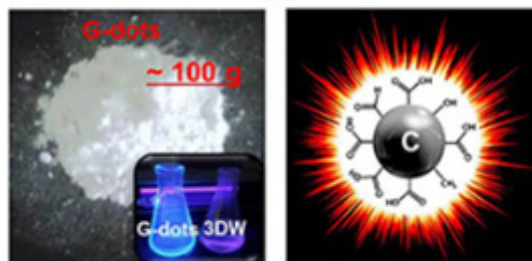


그림 6. 녹조현상원인 남조류로부터 탄소를 추출하여 제조한 탄소나노입자의 광학사진 및 발광사진과 화학적 구조를 나타낸 모식도 (약 100 kg 남조류에서 100 g 탄소 추출).

입자를 대량으로 추출하는 신기술(남조류 100 kg로부터 탄소나노입자 100 g 추출)을 개발함으로써 유해 남조류를 오히려 전구체로 활용하여 원료비 절감뿐만 아니라 세계적인 환경오염 문제인 녹조문제 해결까지 기여하는 방법을 개발했다(그림 6). 현재 복잡한 제조공정이 필요했던 기존 기술에 비해 간단하면서도 추가적인 공정이 필요 없는 대량 제조공정기술 개발을 진행 중에 있다.

3. 결론

전 세계적으로 저탄소 친환경에 대한 관심이 증가됨에 따라, 환경 보호 및 신재생 에너지 등 인류의 현재 문제를 해결하고 미래를 준비하는 미래형 소재소자 연구가 떠오르고 있다. 우린 현재 국내 최초로 미래형 소재/소자 개발의 핵심인 프라인 차세대 나노소재연구를 위한 *in situ* 나노물성분석시스템을 구축하고 있다. 국내외 과학자들의 연구를 지원하고, 특히 에너지 환경소재 연구에 필수적인 물성분석을 지원하기 위한 전문연구를 자체적으로 수행함으로써 최고의 분석

기술을 확보하려고 노력하고 있다. 저차원 물질 분석의 핵심인 표면분석기술을 선도하기 위한 일환으로, 2015년부터 국내 최초의 저에너지 전자/광전자현미경, 상압 X-선 광전자분광기를 활용한 무른 물질 나노소자 연구, 저차원 물질 연구에 팀 역량을 집중할 예정이며, 관심 있는 연구자들의 연구장비 공동활용 및 공동연구제안을 환영한다.

참고문헌

1. H.U. Lee, S.C. Lee, J. Won, B. Son, S. Choi, Y. Kim, S.Y. Park, H.-S. Kim, Y.-C. Lee, and J. Lee., *Scientific Reports*, **5**, Article No. 8691 (2015).
2. C. Jeon, H.-N. Hwang, W. G. Lee, Y. G. Jung, K. S. Kim, C. Y. Park, and C. C. Hwang, *Nanoscale*, **5**, 8210 (2013).
3. H.U. Lee, S.Y. Park, E.S. Park, B. Son, S.C. Lee, J.W. Lee, Y.-C. Lee, K.S. Kang, M.I. Kim, H.G. Park, S. Choi, Y.S. Huh, S.-Y. Lee, K.-B. Lee, Y.-K. Oh, and J. Lee, *Scientific Reports*, **4**, Article No. 4665 (2014).