

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. B82B 3/00 (2006.01)	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2006년09월19일 10-0625224 2006년09월11일
--	-------------------------------------	--

(21) 출원번호	10-2003-7016180	(65) 공개번호	10-2004-0030666
(22) 출원일자	2003년12월10일	(43) 공개일자	2004년04월09일
번역문 제출일자	2003년12월10일		
(86) 국제출원번호	PCT/JP2002/006235	(87) 국제공개번호	WO 2003/000590
국제출원일자	2002년06월21일	국제공개일자	2003년01월03일

(30) 우선권주장 JP-P-2001-00193629 2001년06월26일 일본(JP)

(73) 특허권자 도꾸리쓰교세이호징 가가꾸 기쥬쓰 신키 기꼬
 일본 사이따마켄 가와구찌시 혼쵸 4쵸메 1방 8고

 도꾸리쓰교세이호징 붓시쯔 자이료 켄큐키코
 일본 이바라키켄 츠쿠바시 센겐 1-2-1

(72) 발명자 안도도시히로
 일본국이바라키켄쓰쿠바시다케쵸노3-504-102

 가모미카
 일본국이바라키켄쓰쿠바시나미키2-114-103

 장야페이
 일본국이바라키켄쓰쿠바시센겐2-12-4

(74) 대리인 유미특허법인

심사관 : 이영재

(54) 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 방법 및 그 합성 장치

요약

카본 나노튜브를 저비용으로 대량으로 합성하는 방법 및 이 방법에 이용하는 장치, 및 기관에 견고하게, 고밀도로 고배향 정렬 배열한 카본 나노튜브를 제공한다. 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브는 기관 상에 금속원소로 이루어지는 박막을 퇴적하여, 박막을 퇴적한 기관(3)을 수소 플라즈마에 노출시키고, 수소 플라즈마에 노출시킨 기관(3)을 유기 액체(10)속에서 일정 온도로 가열하여 합성한다. 그 합성 장치는 액체욕조(1)의 외측에 액체욕조(1)를 냉각하기 위한 수냉 수단(2)과, 기관(3)을 유지하고, 또한, 기관(3)에 전류를 흘리기 위한 전극(4)을 가지는 기관 홀더(5)와, 액체욕조(1)부터 증발하는 유기 액체 증기를 냉각 응축하여 액체욕조(1)에 되돌리는 수냉 파이프(6)로 이루어지는 응축 수단(7)과, 기관 홀더(5)와 응축 수단(7)과 N₂가스를 도입하는 밸브(8)를 유지/지지하는 덮개(9)를 가지고, 액체욕조(1)와 덮개(9)로 유기 액체

(10)를 밀폐하여 유지/지지하는 구성이다. 이 합성 장치에 의하면, 대량, 저비용, 또한 안전하게 카본 나노튜브를 합성할 수 있다. 고밀도로 고배향 정렬 배열한 카본 나노튜브 다발로서 합성할 수 있고, 카본 나노튜브를 필요로 하는 각종 제품에 사용하는 경우, 매우 사용하기 용이하다는 등의 우수한 효과가 있다.

대표도

도 1

색인어

카본 나노튜브, 배향, 정렬

명세서

기술분야

본 발명은 유기 액체로부터 정렬 배열한 카본 나노튜브를 합성하는 방법 및 이 방법에 이용하는 장치 및 이 방법으로 제조하는 카본 나노튜브에 관한 것이다.

배경기술

카본 나노 튜브는 그 특이한 전기적 및 기계적 성질에 의해, 전계 방사 전자원, 나노스케일 전자 디바이스, 화학적 저장시스템, 기계적 보강재 등이라는 미래의 나노테크놀로지에 응용할 수 있는 가능성이 높다.

플라렌(Fullerene) 생성 장치에 있어서, 탄소전극을 이용하여 방전했을 때에 생기는 음극 퇴적물의 중에 카본 나노튜브가 발견된 후, 여러 가지 카본 나노튜브의 합성법이 제안되어 있었다. 이들 합성법의 목적은 카본 나노튜브를 대량으로 제조할 수 있으며, 특정한 기능을 가지는 카본 나노튜브를 합성하는 것이었다. 특정한 기능을 가지는 카본 나노튜브는 예를 들면, 탄화수소의 촉매 능력의 정지 기능, 응축상 전기 분해 기능, SiC 승화 촉매 기능 등의 기능을 가지는 카본 나노튜브이며, 이들 나노튜브는 이들 기능에 알맞은 배향 성장 구조를 가지고 있다.

그러나, 이들 합성 방법은 연구에만 사용하기에는 충분한 정도의 수율에 멈춰 있고, 공업적 생산에 적용할 수 있는 수준은 아니다. 또, 종래의 기관에 정렬시킨 나노튜브는 기관과의 결합력이 약하고, 취급하기 어렵다는 과제도 있다.

현재, 가장 많이 보급되어 있는 Si 테크놀로지를 사용하여 카본 나노튜브를 합성할 수 있다면, 예를 들면, Si 반도체 프로세스에 이용하는 원료와 장치를 사용하여 대량으로 또한 저비용으로 합성할 수 있다면, 카본 나노튜브가 특이한 성질을 살린 우수한 기능을 가지는 나노테크놀로지 제품을 저비용으로 대량으로 공급할 수 있다.

발명의 상세한 설명

본 발명은 상기 과제를 감안하여, 카본 나노튜브를 저비용으로 대량으로 합성하는 방법과 이 방법에 이용하는 장치, 및 기관에 견고하게, 고밀도로 고배향으로 정렬 배열한 카본 나노튜브를 제공하는 것을 목적으로 한다.

상기 과제를 해결하기 위하여, 본 발명의 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 방법은 기관상에 금속원소로 이루어지는 박막 또는 섬형상(島狀) 미립자를 퇴적하고, 박막 또는 섬형 미립자를 퇴적한 기관을 수소 플라즈마에 노출시키고, 수소 플라즈마에 노출시킨 기관을 유기 액체 속에서 일정 온도로 가열하여 합성하는 것을 특징으로 한다.

상기 기관으로는, Si 기관이 적절하다.

상기 금속원소로 이루어지는 박막 또는 섬형 미립자로는, Fe, Co, Ni에서 선택되는 하나의 원소 또는 복수의 원소로 이루어지는 박막이 적절하다.

유기 액체는 알코올, 예를 들면 메탄올 또는 에탄올이 바람직하다. 또, 일정 온도로 가열하는 방법은 Si 기관에 전류를 흘려 가열하는 것을 특징으로 한다.

이 구성에 의하면, 예를 들면, Fe 원소로 이루어지는 박막 또는 섬형 미립자가 퇴적한 Si 기판을 고온의 수소 플라즈마에 노출시킴으로써, Fe 박막이 나노미터 크기의 미립자가 되어 Si 기판상에 섬형상으로 분포하는 동시에, Si 기판에 견고하게 결합하거나, 또는 섬형 미립자가 Si 기판에 견고하게 결합하여 Fe 액체 미립자를 형성하고, 유기 액체 속에서 Si 기판에 전류를 흘려 Si 기판을 고온으로 가열함으로써, Si 기판 근방의 유기 액체가 열평형이 깨진 상태의 촉매 반응에 의해 분해하고 카본원자가 생성되고, 카본원자가 Fe 액체 미립자에 과포화로 녹아들어가, Si 기판 표면의 고온과 Si 기판 근방의 유기 액체의 온도 구배에 의해, Fe 액체 미립자 중의 카본원자가 Fe 액체 미립자의 표면에 석출하여 성장핵을 형성하고, 이 성장 중심으로 Fe 액체 미립자 중에서 카본원자가 연속적으로 공급되어 Si 기판 표면의 수직 방향으로 카본 나노튜브가 성장한다.

이 방법은 반도체 프로세스에서 보통 이용되는 원료와 장치를 사용하기 때문에 매우 저비용으로, 또한 Si 기판 표면 전체면에 걸쳐 성장하기 때문에 매우 대량으로 제조할 수 있다. 또, Si 기판은 단결정일 필요는 없고, 다결정체이여도 되기 때문에, 기판 재료가 저렴하다.

또, 이 방법은 여러 가지 종류의 유기 액체를 사용할 수 있기 때문에, 카본 이외의 원소를 포함한, 이른바 도핑 나노튜브를 합성할 수 있다.

본 발명의 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 장치는 유기 액체를 유지/지지하는 액체욕조와, 유기 액체를 유기 액체의 비점 미만으로 유지하는 냉각 수단과, 유기 액체의 기상을 액상으로 되돌려 액체욕조에 되돌리는 응축 수단과, 유기 액체로 기판에 전류를 흘리는 전극을 구비한 기판 유지/지지 수단과, 합성 장치 내의 공기를 제거하는 불활성가스 도입 수단과, 액체욕조를 밀폐하여 유기 액체의 기상의 증발을 방지하는 밀폐 수단을 가지고 있는 것을 특징으로 한다.

이 구성에 의하면, 유기 액체의 온도를 비점 미만으로 유지할 수 있는 동시에, 기판 온도를 고온의 성장 온도로 유지할 수 있고, 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성이 가능하게 된다.

또, 유기 액체의 기상이 응축되어 되돌아가기 때문에 원료의 유기 액체를 낭비하는 일이 없는 동시에, 유기 기상과 공기의 혼합에 의한 폭발, 화재의 위험이 없다.

또한, 불활성가스 도입 수단을 가지므로, 액체욕조 중에서의 유기 기상과 공기의 혼합에 의한 폭발, 화재의 위험이 없다.

또, 본 발명의 고배향 정렬 카본 나노튜브는 Si 기판 표면 전체면에 걸쳐 수직으로, 견고하게, 또한 고밀도로 고배향 정렬 배열한 카본 나노튜브이다.

또 본 발명의 고배향 정렬 카본 나노튜브는 카본 나노튜브가 카본 나노튜브의 축 방향과 길이를 일치시키고 서로 고착한 것을 특징으로 하는 고배향 정렬 카본 나노튜브이다.

이 구성에 의하면, Si 기판 표면의 전체면에 걸쳐, 수직, 견고하고 또한 고밀도로 고배향 정렬 배열하고 있기 때문에, 디바이스 등에 가공하기 쉽다.

또, 카본 나노튜브의 축 방향과 길이를 일치시켜 서로 고착한 카본 나노튜브는 디바이스 등에 가공하는 것이 용이하다.

본 발명에 의하면, 저비용으로 카본 나노튜브를 합성할 수 있고, 따라서, 카본 나노튜브가 특이한 성질을 살린 우수한 기능을 가지는 나노테크놀로지 제품을 저비용으로 대량으로 공급할 수 있게 된다.

도면의 간단한 설명

본 발명은 이하의 상세한 설명 및 본 발명의 일부 실시예를 나타내는 첨부 도면에 따라, 보다 양호하게 이해되는 것이 될 것이다. 또, 첨부 도면에 나타내는 실시예는 본 발명을 특정 또는 한정하고자 의도하는 것이 아니고, 단순히 본 발명의 설명 및 이해를 용이하게 하기 위해서만 기재된 것이다.

도면 중,

도 1은 본 발명의 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 장치의 구성을 도시한 도면.

도 2는 본 발명의 유기 액체를 이용한 카본 나노튜브의 합성에서의 카본 나노튜브의 성장 메커니즘을 도시한 도면.

도 3은 합성한 카본 나노튜브의 SEM(Scanning Electron Microscope)상을 도시한 도면.

도 4는 합성한 카본 나노튜브의 고분해능 투과 전자선 현미경(HRTEM)상을 도시한 도면.

도 5는 합성한 카본 나노튜브의 고분해능 투과 전자 현미경상을 나타내는 다른 도면.

도 6은 에탄올중의 Si 기판상에 성장한 카본 나노튜브의 HRTEM 상을 도시한 도면.

도 7은 수소 플라즈마 중 처리를 행하지 않고서 합성한 경우의 카본 나노튜브의 SEM 상을 도시한 도면.

실시에

이하, 본 발명을 바람직한 실시예에 대해 도면을 참조하여 상세하게 설명한다.

우선, 본 발명의 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 장치를 설명한다.

도 1은 본 발명의 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 장치의 구성을 도시한 도면이다. 이 합성 장치는 액체욕조(1)의 외측에 액체욕조(1)를 냉각하기 위한 수냉 수단(2)과, 기판(3)을 유지하고, 또한, 기판(3)에 전류를 흘리기 위한 전극(4)을 가지는 기판 홀더(5)와, 액체욕조(1)로부터 증발하는 유기 액체의 증기를 냉각 응축하여 액체욕조(1)에 되돌리는 수냉 파이프(6)로 이루어지는 응축 수단(7)과, 기판 홀더(5)와 응축 수단(7)과 N₂가스를 도입하는 밸브(8)를 유지/지지하는 덩개(9)를 가지고, 액체욕조(1)와 덩개(9)로 유기 액체(10)를 밀폐하여 유지/지지하는 구성이다.

이 장치에 의하면, 유기 액체의 온도를 비점 미만으로 유지할 수 있는 동시에, 기판 온도를 고온의 성장 온도로 유지할 수 있고, 카본 나노튜브의 합성이 가능하게 된다. 또, 유기 액체의 기상이 응축되어 되돌아가기 때문에 원료의 유기 액체를 낭비하는 일이 없고, 또 유기 기상과 공기의 혼합에 의한 폭발, 화재의 위험이 없다. 또, 불활성가스 도입 수단을 갖추어, 액체욕조 중에서의 유기 기상과 공기의 혼합에 의한 폭발, 화재의 위험이 없다.

다음에, 기판이 Si이며, 금속원자로 이루어지는 박막이 Fe 박막이며, 유기 액체가 메탄올인 경우를 예로 들어, 또, 도 1에 나타난 합성 장치를 사용하는 경우의, 본 발명의 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 방법을 설명한다.

도전성을 가지는 Si 기판을 세정하고, Fe 박막을 퇴적한다. 퇴적 수단은 예를 들면, Ar 중의 스퍼터링이라도 된다. 퇴적하는 Fe 박막의 두께는 합성하는 나노튜브의 직경과 밀도를 결정하기 때문에 목적에 맞춰 Fe 박막의 두께를 선택한다.

다음에, Fe 박막을 퇴적한 Si 기판을, 수소 플라즈마에 노출시키고 850℃로 가열한다. 이 플라즈마 처리에 따라 Fe 박막이 액체 미립자로 되어 Si 기판상에 섬형으로 분포하는 동시에, Si 기판에 견고하게 결합한다. 또, 수소 플라즈마에 노출시킴으로써, 액체 미립자의 직경 및 분포가 균일하게 된다.

계속해서, 수소 플라즈마 처리를 행한 Si 기판을, 도 1로 나타난 합성 장치의 기판 홀더(5)에 배치하고, 메탄올(10)을 채워, N₂가스를 밸브(8)를 통하여 도입하고, 합성 장치 내의 잔류공기를 N₂가스로 치환한다.

그리고, 전극(4)을 통하여 Si 기판에 전류를 흘려 가열한다. 최초, 기판 온도가 930℃가 되는 전류를 흘려, 합성 동안에도 이 전류값으로 유지한다. Si 기판 표면으로부터 메탄올의 가스로 이루어지는 기포가 발생하는 동시에, Si 기판 표면이 이 기포에 의해서 덮인다. 이때, 메탄올(10)의 온도를 메탄올의 비점 이하로 유지하는 것이 필요하며, 수냉 수단(2)을 이용하여 냉각한다. 또한 기상의 메탄올을 응축 수단(7)에 의해 액체로 응축시켜, 액체욕조(1)에 되돌린다.

원하는 카본 나노튜브의 길이에 대응한 일정 시간, 합성 장치를 상기의 상태로 유지함으로써, 카본 나노튜브가 합성된다.

본 발명의 카본 나노튜브의 성장 메커니즘은 아래와 같이 고려된다. 기판이 Si이며, 금속원자로 이루어지는 박막이 Fe 박막이며, 유기 액체가 메탄올인 경우를 예로 들어 설명한다.

도 2는 본 발명의 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성에서의 카본 나노튜브의 성장 메커니즘을 도시한 도면이다. 도면에서, Si 기판(3)의 표면은 약 900℃의 고온이며, 한편, Si 기판(3)의 표면에 인접하는 메탄올은 약 60℃이다. 또, Si 기판(3)의 표면은 메탄올의 가스(21)로 덮여 있고, Si 기판 표면으로부터 액체를 향하여 급격한 온도 구배가 존재한다. 이 급격한 온도 구배와 Fe의 촉매작용에 의해, 메탄올가스(21)속에서 특이한 열분해 반응이 생겨, Fe 액체 미립자(22)에 녹아 들어가는 카본원자가 생성하는 것으로 고려된다. 즉, 비열 평형 상태로 놓을 수 있는 Fe의 촉매 반응에 의해 카본 원자가 생성한다.

생성한 카본원자가 Fe 액체 미립자(22)에 과포화로 녹아 들어가, Si 기판 표면의 온도 구배에 의해, Fe 액체 미립자(22)중의 카본원자가 Fe 액체 미립자(22)의 표면에 석출하여 성장핵을 형성하고, 이 성장중심으로 Fe 액체 미립자(22)중에서 카본원자가 연속적으로 공급되어 카본 나노튜브(23)가 성장한다.

다음에, 실시예 1을 설명한다.

본 예에서는 고순도 메탄올(99.7%)을 유기 액체로서 이용했다. 저저항(0.002Ω cm) Si(100) 면방위, 치수 10×20×1mm²의 기판을 이용했다. Si 기판은 아세톤 속에서 초음파 세정하여, 3% 불산 용액으로 에칭하여 세정했다.

Si(100) 기판 표면에, Ar 가스에 의한 스퍼터링법으로 25nm 두께의 Fe 박막을 퇴적하고, 기판 온도 850℃, 20분의 수소 플라즈마 중 처리를 행하여, Fe 박막의 기판에의 부착력을 높이고, 또한, 카본 나노튜브의 핵생성을 위한 Fe 미립자를 형성했다.

이 Si 기판을, 도 1의 기판 홀더(3)에 배치하고, 직류전류를 흘려 930℃로 가열했다. 다수의 거품이 생성되고, 메탄올액 표면에 상승하여, Si 기판 표면은 이 거품으로 덮였다. 액체욕조(1) 중의 메탄올의 온도는 약 60℃로 상승했다. 냉각 수단(2)은 메탄올의 온도를 비등점보다도 낮게 하기 위해서 필요하며, 또, 증발한 메탄올을 회수하기 위해서 응축 수단(7)이 필요하다. Si 기판 온도는 광학방사 온도계를 사용하고, 초점을 기판 표면에 맞춰 측정했다. Si 기판에 흐리는 전류는 성장중 일정하게 유지했다. 기판 온도는 카본 나노튜브의 길이가 길어짐에 따라서 천천히 감소하는 것이 관측되었다.

도 3은 합성한 카본 나노튜브의 SEM(Scanning Electron Microscope)상을 도시한 도면이다. 도 3(a)는 깨진 카본 나노튜브 층을 경사 상방으로부터 촬영한 SEM 상이며, 도면의 상방의 평탄 부분은 카본 나노튜브 층의 상면이며, 도면의 하방의 근상의 부분은 Si 기판에 수직으로 밀집하여 성장한 카본 나노튜브층의 측면이다. 도면으로부터 명확히 나타난 바와 같이, 동일한 길이의 카본 나노튜브가 축 방향을 일치시켜, Si 기판에 수직으로, 또한 Si 기판 전체면에 걸쳐 고밀도로 성장하고 있는 것을 알 수 있다.

도 3(b)는 Si 기판으로부터 벗긴 카본 나노튜브의 SEM 상이다. 도면에 보이는 것처럼, 카본 나노튜브를 Si 기판으로부터 벗기면, 카본 나노튜브가 튜브의 축 방향과 길이를 일치시켜 서로 달라붙어, 카본 나노튜브 다발과 같이 된다. 또한 카본 나노튜브 선단이 모여 평탄한 단면을 형성한다. 육안으로 보면 검은 덩어리와 같이 보인다. Si 기판상의 카본 나노튜브는 단단한 물질로 굽는 등, 힘을 가하지 않으면 벗겨지는 일이 없다.

나노튜브의 축 방향의 성장속도는 기판 온도의 상승과 함께 증대되었다. 나노튜브의 길이는 성장시간의 증가와 함께 길어졌다. SEM 장치에 부착되는 EDX(Energy Dispersive X-ray)측정장치에 따라 카본 나노튜브의 화학성분은 카본만 인 것이 확인되었다. 도면으로부터 명확히 나타난 바와 같이, 본 발명의 합성 방법에 의하면, 대단히 고밀도로, 또한 축 방향을 일치시킨 카본 나노튜브의 속이 얻어진다.

도 4는 카본 나노튜브의 고분해능 투과 전자선 현미경(HRTEM)상을 도시한 도면이다. 도 4로부터 명확히 나타난 바와 같이, 카본 나노튜브는 기본적으로 완만하고 동일한 중공 다층 나노튜브이다. 다층 나노튜브의 각 층의 간격은 0.34nm 이었다. 대부분의 카본 나노튜브의 직경은 나노튜브의 길이 방향 전체에 걸쳐 대략 일정하지만, 어느 정도, 나노튜브의 길이 방향에서 변화되어 있다. 카본 나노튜브의 외경은 20nm을 분포의 중심으로서 13nm에서 26nm의 범위에 분포하고 있었다. 카본 나노튜브 반경의, 튜브 벽의 두께, 즉 껍질의 두께에 대한 비는 약 1.2 내지 2.1이었다. 일부 격자 부정 및 격자 결함 이 튜브 벽의 에지와 표면에서 발견되었다. 이것은, Si 기판 표면의 불균일한 촉매 반응에 의해서 생기는 라디칼 산소에 의한 것이라고 생각된다.

도 5는 카본 나노튜브의 고분해능 투과 전자 현미경상을 나타내는 다른 도면이다. 도면에 도시한 바와 같이, 카본 나노튜브의 선단은 대략 이음매 없는 캡에 의해서 닫혀 있다. 또, 도면에 보이는 검은 얼룩은 Fe 인 것이 확인되어 있고, 카본 나노튜브의 일부에는 이와 같이, 튜브의 선단부근에 Si 기판상의 Fe가 검출되었다. 카본 나노튜브의 근본은 기판 표면에 있어, 이 부분의 형상은 개구 튜브로 되어 있다.

다음에, 실시예 2를 설명한다.

온도를 바꾼 이외에, 다른 합성조건은 실시예 1과 동일하게 하여, 메탄올 대신 에탄올이라도 카본 나노튜브를 형성할 수 있었다. 에탄올 중에서의 Si 기판 온도를 860°C, 에탄올의 온도는 70°C로 유지했다.

도 6은 70°C로 유지된 에탄올중의 Si 기판 상에 성장한 카본 나노튜브의 HRTEM 상을 도시한 도면이다. 도 6으로부터 명확히 나타난 바와 같이, 형성한 카본 나노튜브는 대부분 중공의 다층 나노튜브였다. 카본 나노튜브의 반경의 튜브의 껍질의 두께에 대한 비는 2.2 내지 5.8이었다. 카본 나노튜브의 선단은 실시예 1의 카본 나노튜브와 같이 대략 이음매 없는 캡으로 닫혀 있었다.

다음에, Fe 박막의 촉매로서의 기능을 증명하는 실시예를 설명한다.

즉, Fe 박막을 형성하지 않는 Si 기판을 이용하여, 실시예 1과 같이, 메탄올 속에서 합성을 행했지만, 카본 나노튜브는 성장하지 않았다. 그 결과로부터, Fe의 촉매로서의 역할을 확인했다.

다음에, 수소 플라즈마 중 처리의 유효성을 증명하는 실시예를 설명한다.

Si 기판 상에 Fe 박막을 형성한 후, 수소 플라즈마 중 처리를 행하지 않고서, 메탄올 속에서 실시예 1과 같이 합성했다.

도 7은 수소 플라즈마 중 처리를 행하지 않고서 합성한 경우의 카본 나노튜브의 SEM 상을 도시한 도면이다. 도면으로부터 명확히 나타난 바와 같이, Fe를 퇴적후, 수소 플라즈마 중 처리없이 카본 나노튜브의 합성을 한 경우에는, 합성된 카본 나노튜브의 배열이 불규칙하게 되고, 직경이 보다 넓은 범위로 분포되었다. 모든 카본 나노튜브가 기판 상에 다양하게 굽은 방식으로 가로놓이고, 그들 중 일부는 서로 달라붙어 대들보같이 되었다. 이러한 점에서, 수소 플라즈마 중 처리가, Si 기판에 수직으로 성장하여, 또한 균일계를 가지는 카본 나노튜브를 합성하기 위해서 유효한 것을 알 수 있다.

메탄올과 에탄올은 가장 일반적인 유기 액체 중 2개이다. 이들은 각각, 64.96°C와 78.5°C의 비점을 가지는 무색인 액체이다. 이들 공기의 혼합체는 폭발하며, 대부분 무색의 불꽃으로 불탄다. 그러나, 고온 기판이 유기 액체 중에 가라앉아 있고, 고온 기판이 대기와 접하지 않으면, 유기 액체는 안전하다. 본 발명자들의 설계한 이 시스템은 기상의 응축과, 냉각수를 사용함으로써, 육조의 온도를 유기 액체의 비등 온도보다 낮추어, 안전성을 확보한 것이다.

이 실시예에서는, 메탄올과 에탄올에 대해서만 설명하였지만, 이것으로 한정되지 않고, 다른 유기 액체를 이용하면, 여러 가지 종류의 카본 나노튜브 및 카본 이외의 원소를 구성원소로 하는 카본 나노튜브를 만들어낼 수 있다는 것은 명확하다.

본 발명의 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 방법은 몇 가지 중요한 특징을 가지고 있다.

첫 번째로, 카본 나노튜브는 열평행이 깨진 조건에서의 촉매 반응에 의해 형성되고, 또, 카본 나노튜브의 성장단은 유기 액체 속에서 온도가 제어할 수 있는 기판 표면의 카본 나노튜브의 근원인 것이다.

두 번째로, 액체가 기판을 둘러싸고 있기 때문에, 카본 나노튜브의 근원인 기판 표면의 수직 방향으로 큰 온도 구배가 생겨, 이 큰 온도 구배가 기판 표면에 수직 방향으로 카본 나노튜브를 성장시키는 중요한 원동력으로 작용된다고 추정된다.

세 번째로, 본 발명의 합성 방법은 대단히 간단하며, 대면적에 걸쳐 고배향 정렬 배열한 카본 나노튜브가 얻어질 수 있을 뿐만 아니라, 액체원에 다른 원소를 도입하고, 다른 원소가 도핑된 나노튜브를 합성하는 것도 가능하다. 또, 본 발명의 카본 나노튜브는 중공이며, 모세관 현상을 이용하여 물질을 채울 수 있다.

산업상 이용 가능성

이상의 설명으로부터 이해할 수 있는 바와 같이, 본 발명의 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 방법에 의하면, 고배향으로 정렬한 카본 나노튜브를 저비용으로 대량으로 합성할 수 있다. 또, 본 발명의 합성 방법은 현재의 여러 가지 Si 테크놀로지에 적합한 것이며, 따라서, 공업적으로 대량 생산을 할 수 있다. 본 발명에서는, 진공을 필요로 하지 않고, 가스를 필요로 하지 않는 방법이기 때문에 공업 생산에 바람직하며, 또, 여러 가지 종류의 나노튜브 및 나노튜브 층을 합성하기 위한 기초 기술이 되고, 특히, 중공 나노튜브 및 도핑한 나노튜브를 만드는 데에 있어서 매우 중요한 기술이다.

또, 본 발명의 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 장치에 의하면, 대량, 저비용, 또한 안전히 카본 나노튜브를 합성할 수 있다.

또한, 본 발명에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브는, 고밀도로 고배향 정렬 배열한 카본 나노튜브다발로서 합성할 수 있고, 카본 나노튜브를 필요로 하는 각종 제품에 사용하는 경우, 매우 사용하기 쉬운 등, 여러 가지 우수한 효과가 있을 수 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

기관 상에 금속원소로 이루어지는 박막 또는 섬형상 미립자를 퇴적하고, 박막 또는 섬형상 미립자를 퇴적한 기관을 수소 플라즈마에 노출시키고, 수소 플라즈마에 노출시킨 기관을 유기 액체 속에서 일정 온도로 가열하여 합성하는 것을 특징으로 하는 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 방법.

청구항 2.

제1항에 있어서,

상기 기관이 Si 기관인 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 방법.

청구항 3.

제1항에 있어서,

상기 금속원소로 이루어지는 박막 또는 섬형상 미립자가 Fe, Co, 및 Ni으로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나의 원소 또는 복수의 원소로 이루어지는 박막 또는 섬형 미립자인 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 방법.

청구항 4.

제1항에 있어서,

상기 유기 액체가 알코올인 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 방법.

청구항 5.

제1항에 있어서,

상기 알코올이 메탄올 또는 에탄올인 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 방법.

청구항 6.

제1항에 있어서,

상기 일정 온도로 가열하는 것이 Si 기관에 전류를 흘려 가열하는 것인 유기 액체에 의한 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 방법.

청구항 7.

유기 액체를 유지/지지하는 액체욕조;

유기 액체를 유기 액체의 비점 미만으로 유지하는 냉각 수단;

유기 액체의 기상을 액상으로 되돌려 액체욕조에 되돌리는 응축 수단;

유기 액체중의 기관에 전류를 흘리는 전극을 구비한 기관 유지/지지 수단;

합성 장치 내의 공기를 제거하는 불활성가스 도입 수단; 및

상기 액체욕조를 밀폐하여 유기 액체의 기상의 증발을 방지하는 밀폐 수단을 포함하는 것을 특징으로 하는 고배향 정렬 카본 나노튜브의 합성 장치.

청구항 8.

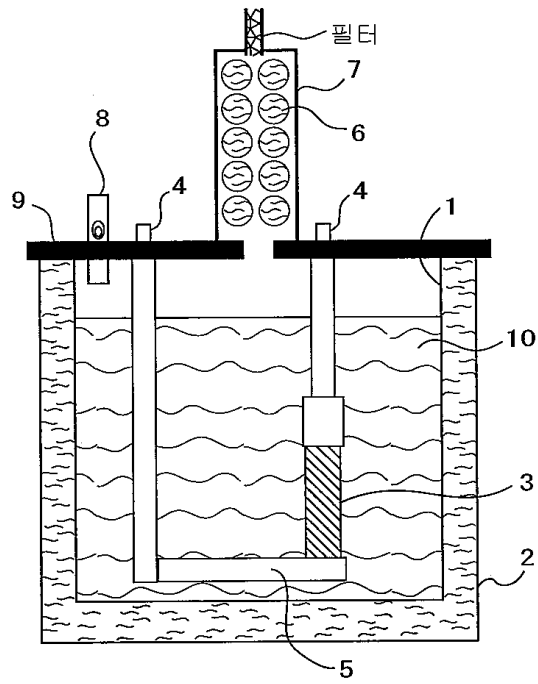
삭제

청구항 9.

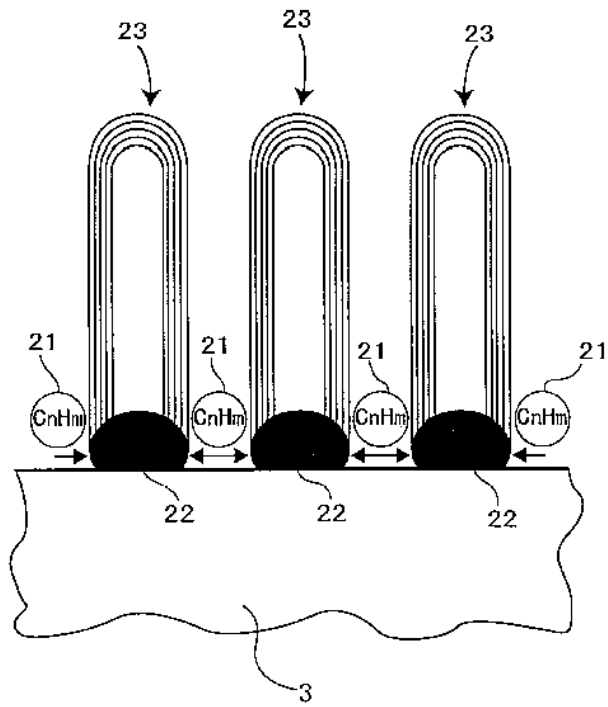
삭제

도면

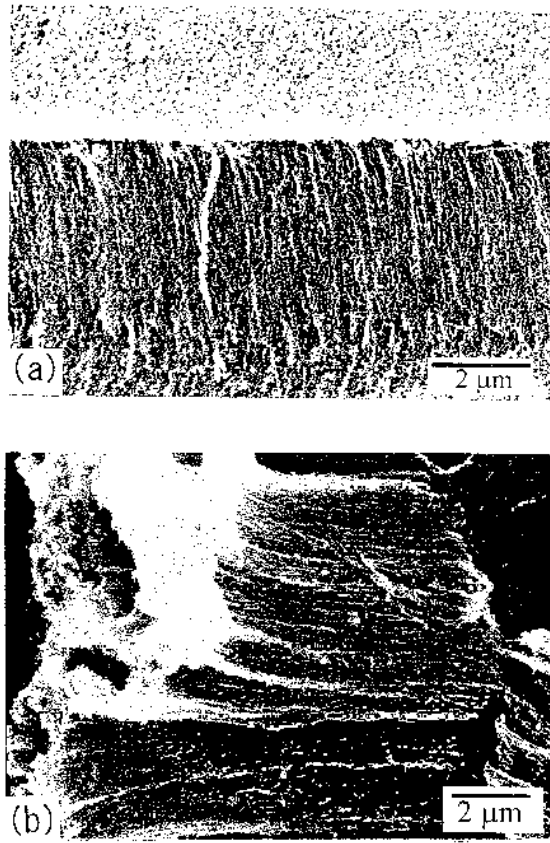
도면1



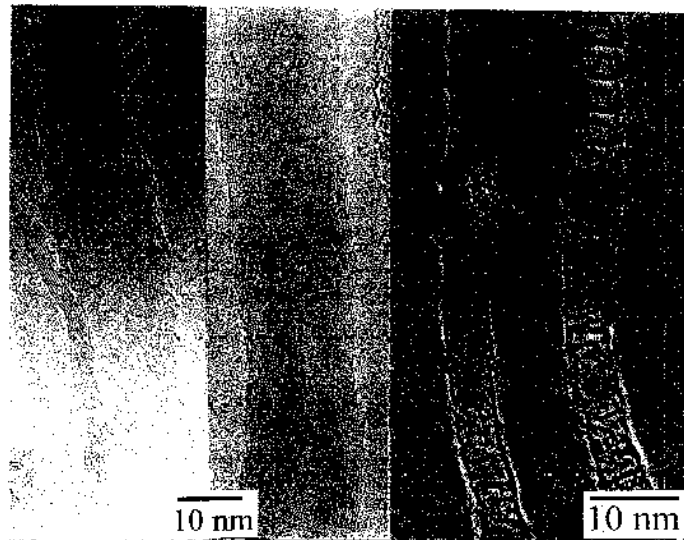
도면2



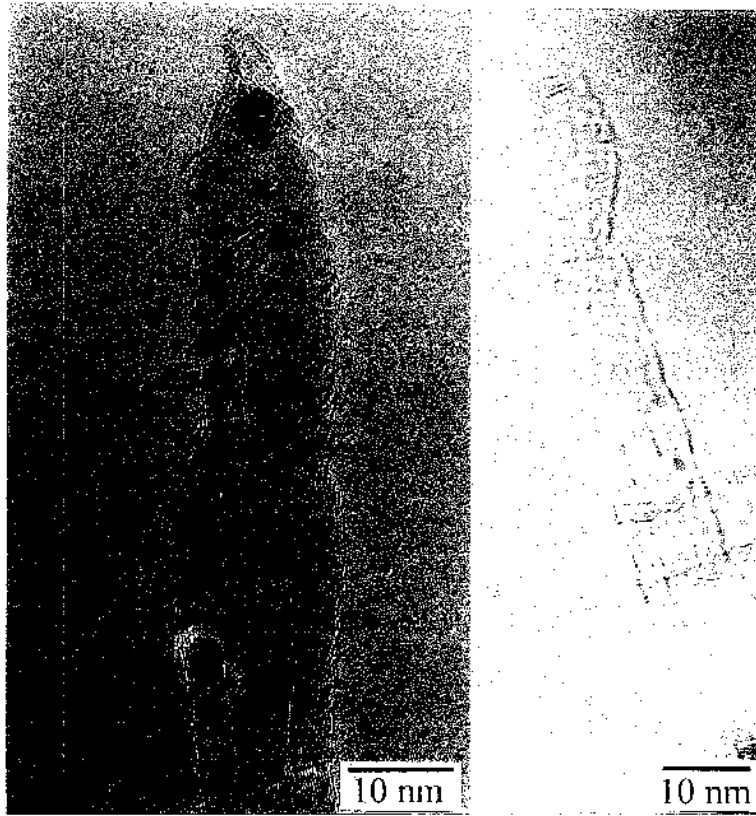
도면3



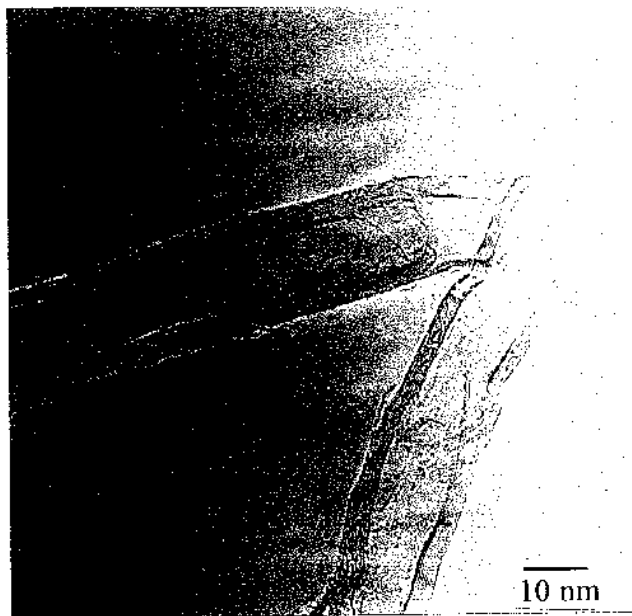
도면4



도면5



도면6



도면7

