

자기장을 이용한 Etangled Carbon Nanotube 응집체의 분산

손승용, 이동현*
성균관대학교 화학공학과
(dhlee@skku.edu*)

Dispersion of Entangled Carbon Nanotube Agglomerates by Magnetic field

Seung Yong Son, Dong Hyun Lee*
Department of Chemical Engineering, Sungkyunkwan University
(dhlee@skku.edu*)

서론

오늘날 탄소나노튜브의 응용에 있어서 가장 중요한 이슈 중의 하나가 탄소나노튜브의 분산성을 향상시키는 것이다. 최근 상업적으로 주목받고 있는 탄소나노튜브 복합체의 우수한 성능 구현을 위해서는 소재의 고른 분산이 무엇보다도 중요하다. 하지만 탄소나노튜브는 소수성이며 표면에너지가 커서 자체의 응집현상이 심하고 또한 얽힘 현상으로 인해서 분산이 상당히 어려운 물질 중의 하나이다[1]. 탄소나노튜브는 주로 초음파, 볼밀과 같은 물리적 분산과 용제, 산 처리와 같은 화학적 분산이 이루어지고 있으나 물리적 분산과 산 처리에 의한 분산은 탄소나노튜브에 손상이 생겨 전기적 물성이 떨어지고 용제에 의한 분산은 분산력이 약해서 얽혀있는 탄소나노튜브는 잘 분산시키지는 못하는 단점이 있다[2,3]. 따라서 이러한 문제점을 해결하기 위한 탄소나노튜브의 효율적 분산방법이 국내외적으로 활발히 진행되고 있는데, 대표적인 것이 작용기가 도입된 poly aryleneethylene(PPE)나 pyrene 유도체로 탄소나노튜브 표면과 π -stacking으로 견고하게 결합시켜 분산시키는 방법이다[4,5]. 또한 Jeoung et al.(2007)은 탄소나노튜브의 표면과 액정 분자의 방향족 고리를 π -stacking으로 부착시킨 후 액정에 자기장을 가하여 액정 분자가 일렬로 정렬하려는 힘을 이용해 서로 얽혀있는 탄소나노튜브를 떼어 낼 수 있다는 것을 실험으로 증명하였다[6]. 하지만 이 방법은 탄소나노튜브를 대량으로 분산하는데 적용하기에는 여러 가지 문제점으로 인해 현실적으로 어려운 점이 많다.

본 연구에서는 라디칼 개시제를 링크매개체로 이용하여 탄소나노튜브의 표면에 자성입자를 결합시킨 후 여기에 자기장을 가했을 때 발생하는 자기력선에 일렬로 배향하는 자성입자의 움직임에 이용하여 탄소나노튜브 agglomerate를 분산시키는 새로운 분산방법을 고안하였고 그 개념을 그림 1에 나타내었다.

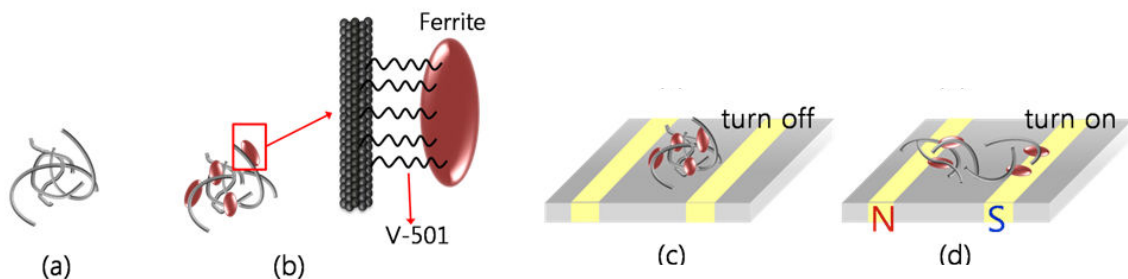


그림 1. 자기장을 이용한 탄소나노튜브 분산의 개념도. (a) 탄소나노튜브 응집체, (b) 링크 매개체를 이용한 탄소나노튜브와 자성입자의 결합, (c)와 (d) 자기장에 의한 탄소나노튜브 응집체의 분산

본 연구에서는 라디칼 개시제로 탄소나노튜브의 표면에 마그네타이트 및 페라이트를 부착시키고 여기에 자기장을 주기적으로 일정 시간 인가한 후 탄소나노튜브 agglomerate의 성장 변화를 관찰하였고 그 결과를 실험전의 초기 혼합물과 비교하여 고찰하였다.

실험

그림 2에 본 실험에 사용된 장치의 개략도를 나타내었다. 강력한 전자석들의 조합으로 이루어져 있는 자기장 생성장치(magnetic field generator)에 전자석의 자기장 세기를 조절할 수 있는 파워콘트롤러를 연결하고, 그 사이에 일정 시간 단위로 반복해서 전원을 on/off 시킬 수 있는 파워릴레이(power relay)를 설치하였다. 자기장 생성장치의 자속밀도는 가우스미터로 측정하였다.

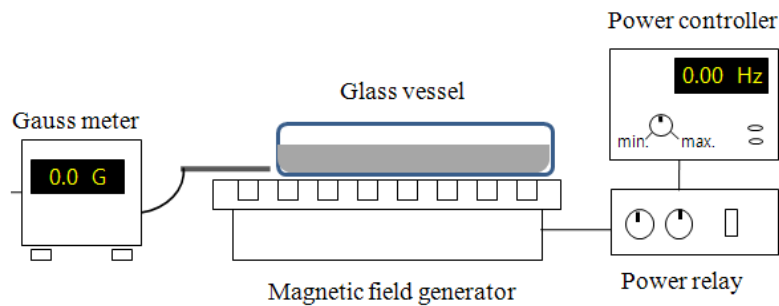


그림 2. 자기장을 이용한 탄소나노튜브 분산 장치의 개략도

분산 실험에 사용된 탄소나노튜브는 유동층 CVD법으로 합성된 직경 10 nm급의 탄소나노튜브 agglomerate (Gas feed rate : 3000 sccm (LPG/H₂ = 1:1), Reaction Temp. : 750 °C , Reaction time : 60 min)로서 그 저배율과 고배율의 SEM 이미지를 그림 3에 나타내었다. 그림 3 (b)의 고배율 사진에서 탄소나노튜브들이 서로 복잡하게 얽혀 있음을 확인할 수 있다.

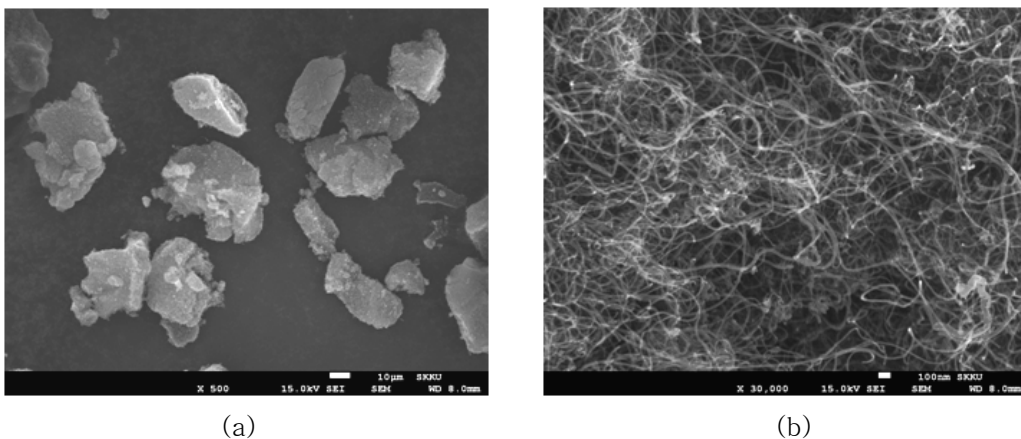


그림 3. (a) 유동층 CVD법으로 합성된 entangled MWNTs agglomerate의 형상과 (b) 그 표면의 고배율 SEM 이미지.

탄소나노튜브의 표면에 자성입자들을 부착시키기 위해서 4,4'-azobis(4-cyanovaleric acid) (이하 v-501로 지칭)를 링크 매개체로 사용하였다. V-501은 라디칼 개시제로서

80 °C의 DI water에서 분해되어 라디칼이 생성, 양 말단기가 각각 탄소나노튜브와 자성 입자에 결합함으로써 탄소나노튜브의 표면에 자성입자를 부착시키는 링크 매개체로서 기능을 하게 된다. 페라이트는 일반 산화철 페라이트를, 마그네타이트는 산화제1철과 산화제2철을 1대2로 혼합한 후 암모니아를 가해서 제조하여 사용하였다. 그림 4는 V-501을 이용하여 탄소나노튜브의 표면에 각각 페라이트와 마그네타이트를 부착시킨 시료의 SEM 이미지이다.

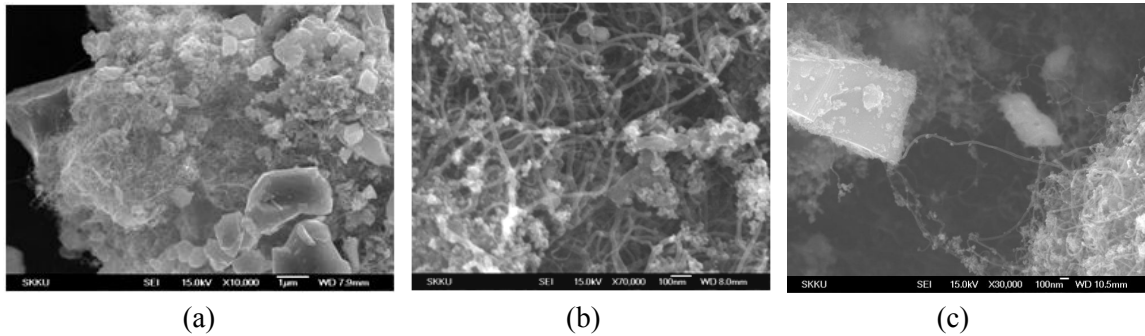


그림 4. (a) 탄소나노튜브 응집체의 표면에 페라이트를 부착시킨 SEM 이미지 (b) 동일한 방법으로 마그네타이트를 부착시킨 SEM 이미지 (c) 마그네타이트와 페라이트를 동시에 부착시킨 SEM 이미지

페라이트/마그네타이트가 부착된 탄소나노튜브 시료를 2-propanone (아세톤)으로 희석된 에폭시 수지 내에 함침시킨 후 자기장 생성장치 위에 올려놓고 0.08 T의 자기장을 2초 간격으로 일정 시간 인가하였다.

페라이트는 직경 5 µm 내외의 일반 산화철 페라이트를, 마그네타이트는 산화제1철과 산화제2철을 1대2로 혼합한 후 암모니아를 가해서 제조하여 사용하였다. 분산을 완료한 혼합물은 아세톤으로 세척하여 에폭시를 제거한 후 유리 기판위에 스프레이하여 건조시키고 이를 SEM으로 분석하였다.

결과 및 토의

MWNTs agglomerate-ferrite 결합 시료를 2-propanone으로 희석한 에폭시 수지에 섞은 후 두 용기에 나누어 담고 하나는 자기장을 인가하지 않고 다른 하나는 8시간 동안 2초간 점멸을 반복하는 자기장 생성 장치로 자기장을 인가한 후 MWNTs agglomerates의 성상이 어떻게 변화하였는지를 알기 위해 SEM으로 분석하였다. 두 시료를 SEM으로 분석하기 위해 각각 2-propanone에 물게 분산시킨 후 글라스 기판 위에 spray하였다.

자기장을 인가하지 않았을 때와 자기장을 인가하고 난 후의 CNTs agglomerate SEM 이미지를 각각 그림 5의 (a), (b)와 그림 5의 (c), (d)에 10,000배, 30,000배, 70,000 배율의 이미지로 나타내었다. 그림 5의 (a)와 (b)에서 알 수 있듯이 자기장을 인가하지 않은 CNTs agglomerate의 경우 glass 기판 위의 CNTs agglomerate는 여전히 entangled된 상태였으며 응집체로부터 떨어져 나와 독립적으로 존재하는 개별적인 CNT 가닥들은 발견되지 않았다. 반면에 자기장을 8시간 동안 인가했던 그림 5의 (c) 와 (d) 시료의 경우는 글라스 기판 위에 탄소나노튜브들이 넓게 펼쳐진 형태로 존재함을 확인할 수 있었다. 특히 그림 5의 (d) 이미지에서는 탄소나노튜브 가닥들이 더 이상 응집체를 형성하지 않고 글라스 기판 위에 단층으로 잘 분산되어 있음을 확인할 수 있었다. 하지만 자기장을 인가한 시료가 모두 100 % 응집이 해체되어 기판 위에 골고루 분산된 것은 아니었고 일부 풀림이 일어나지 않은 응집체가 여전히 존재하였지만 SEM 분석 결과로부터 페라이트가 부착된 MWNTs agglomerate들이 반복적으로 인가되는 자기장에 의해 충분히

히 개별적 탄소나노튜브 가닥들로 떼어질 수 있음을 확신할 수 있었다.

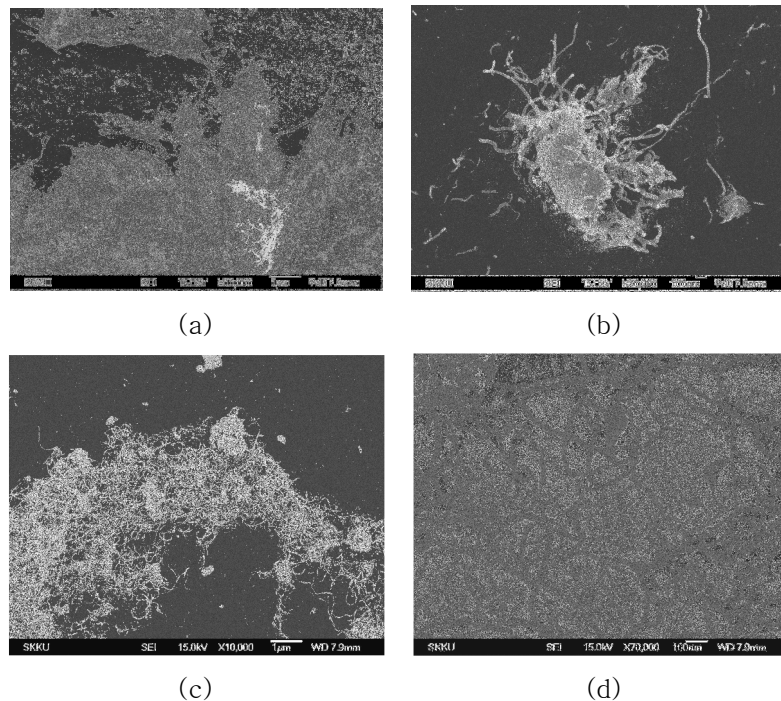


그림 5. 자기장을 인가하지 않고 spray한 샘플의 (a) 10,000 배율 이미지와 (b) 30,000 배율 이미지, 그리고 자기장을 8시간 동안 인가한 후 spray한 샘플의 (c) 10,000 배율 이미지와 (d) 70,000 배율 이미지.

결론

V-501 (4,4'-azobis(4-cyanovaleric acid))을 이용하여 페라이트에 탄소나노튜브를 부착하고 자기장을 주기적으로 인가하면 자기력에 의한 자성입자들의 물리적 배향 운동에 의해 복잡하게 얽혀있던 탄소나노튜브의 응집체가 날개의 탄소나노튜브 가닥들로 분리되었다. 완전히 해체되지 않고 응집체 상태로 남아있는 MWNTS도 존재하지만 용매에서의 분산 테스트를 통해 자기장을 가하지 않은 시료보다 전체적으로 분산성이 향상된 것을 확인함으로써 기존의 분산방법 이외에 자기장 분산법이라는 새로운 방법으로도 탄소나노튜브 응집체를 성공적으로 분산할 수 있음을 실험적으로 증명하였다.

참고 문헌

- [1] S. Giordani, S. D. Bergin, V. Nicolosi, S. Lebedkin, M. M. Kappes, W. J. Blau, and J. N. Coleman, *J. Phys. Chem. B* **110**, 15708-15718(2006).
- [2] Z.Konya, Ji. Zhu, K. Niesz, D. Mehn, I. Kiricsi, *Carbon* **42** 2001-2008(2004).
- [3] M. Kaempgen, M. Lebert, M. Haluska, N. Nicoloso and S. Roth, *Adv. Mater.* **20**, 616-620(2008).
- [4] M. J. O'Connell, P. Boul, L. M. Ericson, C. Huffman, Y. Wang, E. Haroz, C. Kuper, J. Tour, K. D. Ausman, and R. E. Smalley, *Chem. Phys. Lett.*, **342**(3-4), 265-271(2001).
- [5] Y. Y. Ou and M. H. Huang, *Phys. Chem. B* **110**, 2031-2036(2006).
- [6] S. J. Jeong, K. A. Park, S. H. Jeong, H. J. Jeong, K. H. An, C. W. Nah, D. Pribat, S. H. Lee, and Y. H. Lee, *Nano Lett.*, **7**(8), 2178-2182 (2007).