

Carbon Nanotube의 ^{13}C 핵자기공명연구

정재갑^{1*}, 유권상¹, 이규홍², 이무희², 남승훈³, 이영희⁴

¹ 한국표준과학연구원 전자기표준부

² 건국대학교 물리학과

³ 한국표준과학연구원 환경안전계측센터

⁴ 성균관대학교 물리학과

1. 서론

Carbon nanotube(CNT)는 1991년 Iijima[1]에 의해 발견된 후 전기적인 특성에 대한 많은 연구가 진행되었고, 새로운 나노소자로서의 많은 가능성을 보여왔다. 핵자기공명(Nuclear Magnetic Resonance; NMR)은 물질의 미시적인 결정상에 대한 분석과 원자내에 존재하는 전자나 분자, 이온들의 운동과 전자구조 등을 해석하고 규명하는 데는 아주 효과적이다. 본 연구에서는 탄소원자핵(^{13}C)의 핵자기 공명 연구를 통해 CNT 내의 금속상과 반도체상과, 그리고 페르미 준위에서 상태밀도(density of state)에 관한 정보를 얻고자 한다.

2. 실험방법과 결과

CNT에 존재하는 탄소는 ^{12}C 와 ^{13}C 로 이루어져 있는데 ^{12}C 는 핵자기모멘트가 존재하지 않으므로 핵자기공명 측정이 불가능하고, ^{13}C 는 자연존재비가 1% 밖에 되지 않고 감도가 낮아 원하는 NMR 신호를 얻기가 상당히 힘들다. 따라서 ^{13}C 가 100% 들어있는 원시료(100% enrich ^{13}C)를 Sigma Aldrich사로부터 구입하여 ^{13}C 가 20% 정도 포함된 단일구역의 CNT 시료를 아크방전으로 합성하였다. 아크방전에 의한 합성조건은 아래와 같다.

- 1) Catalysts and wt. Ratio ; Fe : Ni : Co : S = 1 : 1 : 1 : 0.227
- 2) Catalysts (Fe : Ni : Co : S) amount is 5 % of the graphite
- 3) Gas (pressure in Torr) ; He (100 Torr)
- 4) Discharge current : 65 - 75 A, voltage : 25 V

정제전과 후의 SEM 사진을 그림 1과 그림 2에 각각 나타내었다. 그림 2에서 볼 수 있는 바와 같이 열정제와 화학정제 후에 CNT에 남아있는 Amorphous carbon과 촉매금속(Fe, Ni, Co)이 제거되었다.

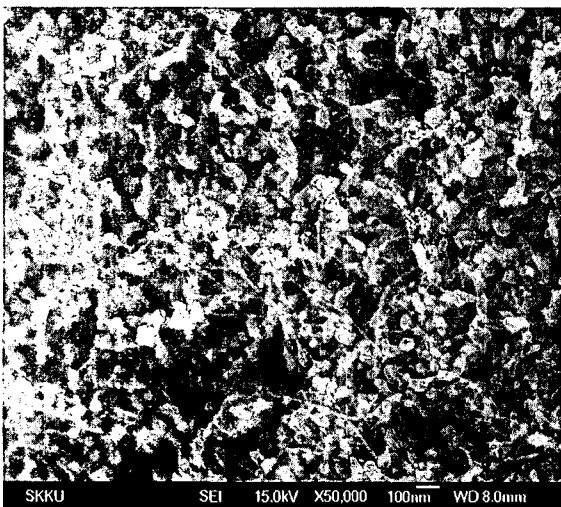


그림 1. 정제하기 전 CNT의 SEM 결과

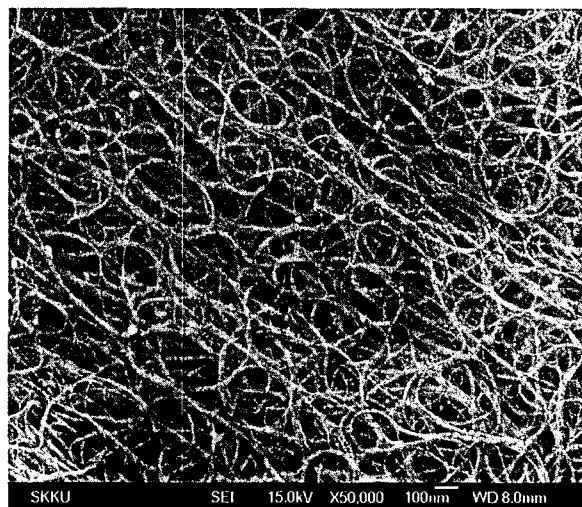


그림 2. 열정제와 화학정제 후 CNT의 SEM 결과

그림 2의 정제된 시료에 존재하는 ^{13}C 원자핵에 대한 핵자기 공명실험을 공명진동수 $\nu_0=50.328$ MHz (외부자기장 $B_0 = 4.7$ T)에서 7.5 K - 200 K 의 온도범위에서 스펙트럼과 스핀격자 완화시간의 온도의존성 실험을 수행하였다. 이때의 공명신호는 solid echo ($\pi/2-\tau-\pi/2$) 혹은 Hahn echo ($\pi/2-\tau-\pi$)를 이용하여 얻었다. 그림 3은 CNT 의 ^{13}C 핵자기 공명선의 온도 의존성 결과를 보여준다. 온도 변화에 의해 핵자기 공명선의 위치와 선폭은 거의 변화가 없음을 알 수 있다.

CNT의 ^{13}C 핵자기공명선의 스핀 격자 완화시간의 온도의존성 실험을 수행하였는데 대표적으로 두 온도에서의 결과를 그림 4 에 나타내었다. 두 온도에서 자기화 회복선이 두개의 지수함수를 보이는데 이는 금속상과 반도체상이 같이 존재함으로써 나타난 결과이다. 다른 온도에서는 비슷한 결과를 보인다.

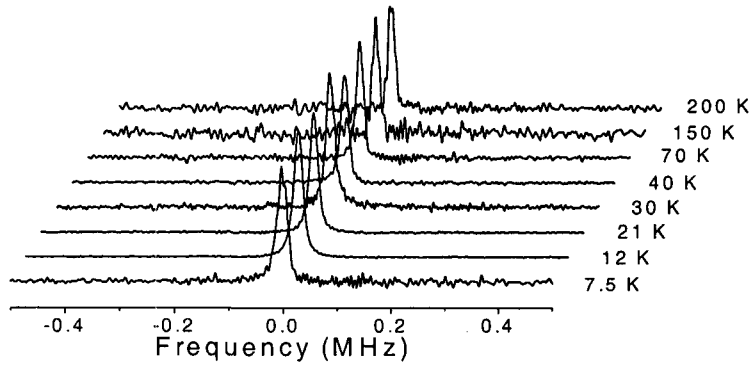


그림 3. CNT의 ^{13}C 핵자기공명선의 온도의존성(7.5 K - 200 K)

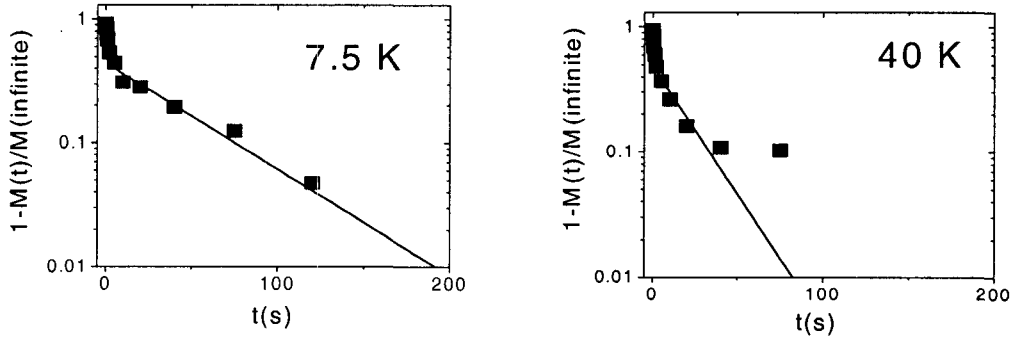


그림 4. 두 온도에서 측정된 CNT의 ^{13}C 자기공명선의 스핀격자 완화시간

3. 결론

CNT의 ^{13}C NMR 신호와 스핀격자 완화시간의 온도의존성 실험을 수행하였다. 이의 결과를 분석하여 CNT 내에 존재하는 금속상과 반도체상에 대한 기여의 정량적인 비와 페르미 준위에서 상태밀도(density of state)에 관한 정보를 얻을 수 있다. 이에 대한 정량적인 결과는 정리하여 발표할 것이다.

감사의 글

본 연구는 과학기술부 프린티어 사업인 나노메카트로닉스에 의해 지원을 받아 수행한 연구임.

참고문헌

- [1] S. Iijima, Nature **354**, 56(1991).