

# 성장방법이 서로 다른 탄소나노튜브의 인장시험

장훈식<sup>†</sup> · 이윤희\* · 백운봉\* · 박종서\* · 남승훈\*

## Tensile test of multi-walled carbon nanotube with different growth methods

Hoon-Sik Jang<sup>†</sup>, Yun-Hee Lee\*, Un-Bong Baek\*,  
Jong-Seo Park\*, Seung-Hoon Nahm\*

**Key Words:** Carbon Nanotube(탄소나노튜브), Tensile test(인장시험),

### Abstract

Carbon nanotubes (CNTs) have attracted an increasing attention due to their superior mechanical properties and potential application in industries. The strength of CNT has been predicted or calculated through several simulation techniques but actual experiments on stress-strain behavior are rare due to its dimensional limit, nanoscale positioning/manipulation, and instrumental resolution. We have attempted to observe straining responses of a multi-walled carbon nanotube (MWNT) with different growth methods by performing an in-situ tensile testing in a scanning electron microscope. Linear deformation and fracture behaviors of MWNT were successfully observed and its force-displacement curve was also measured from the bending stiffness and displacement of the force sensor and manipulator. We also obtained different tensile load of carbon nanotube with different growth methods.

### 1. 서론

탄소나노튜브가 소개된 이후[1] 우수한 기계적, 물리적 특성 때문에 많은 응용분야에 산업 전 분야[2-3]에 응용이 기대되어 더욱이 탄소나노튜브의 대한 관심도가 증대 되어 왔다. 특히 기계적 물성분야[4-6]에서도 탁월한 강도와 기계적 물성을 가졌음에도 불구하고, 탄소 나노튜브를 이용한 여러 가지 응용 분야의 역학적 소자 등에 적용되기 위해서 더욱 많은 연구와 이해가 필요하다고 여겨진다. 지금까지 많은 연구자들에 의해 탄소나노튜브의 기계적, 역학적 특성에 대한 연구가 이루어지고 있으며, 강도 및 탄성계수 등의

측정 및 계산을 통하여 소개 되어왔다. 그러나 탄소나노튜브에 대한 기계적, 역학적 많은 연구에도 불구하고, 아직 그 특성에 대한 이해를 하는데 더 많은 연구가 요구되어지고 있다. 그래서 본 연구에서는 주사전자현미경 내부에서 나노 조작기를 이용하여 서로 다른 성장방법으로 제작된 두가지 종류의 다중벽 탄소나노튜브에 대해서 인장시험을 실시하여 탄소나노튜브의 기계적, 역학적 물성을 서로 비교를 하였다.

### 2. 실험방법

먼저, 서로 다른 성장방법에 따라 성장된 탄소나노튜브의 인장강도를 측정비교하기 위해, 아크 방전법으로 제작된 다중벽 탄소나노튜브와 열기상증착법으로 성장된 다중벽 탄소나노튜브의 두 가지를 준비를 하였다. 두가지 탄소나노튜브의

<sup>†</sup> 한국표준과학연구원 안전그룹

E-mail : hsjang@kriss.ac.kr

TEL : (042)868-5385 FAX : (042)868-5635

\* 한국표준과학연구원 안전그룹

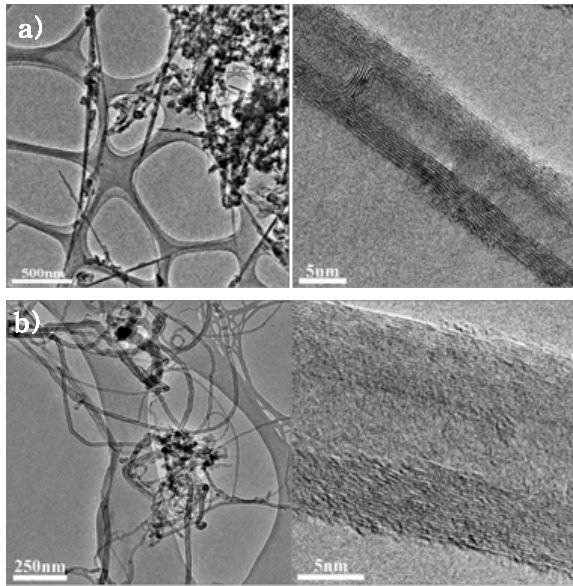


Fig. 1. (a) TEM image and (b) HRTEM image of Arc-discharged MWNT. (c) TEM image and (b) HRTEM image of Thermal-CVD grown MWNT.

Tunnelling Electron Microscope (TEM) 사진을 Fig. 1에 각각 나타냈다. Fig.1과 같이 두 가지의 탄소나노튜브의 형상과 형태가 서로 차이를 보이고 있다.

탄소나노튜브 인장시험을 위해 TOPCON사의 SM-300 Scanning Electron Microscope (SEM) 내부에 나노조작기(Klocke nanotechink)를 설치하고, 인장시험을 실시하는동안 탄소나노튜브의 인장하중과 변위를 실시간으로 측정할 수 있는 AFM tip 형태의 힘 센서(Klocke nanotechink)를 이용하였다. 그리고 힘 센서는 나노조작기에 장착을 하였으며, 나노조작기를 이용하여 힘 센서를 원활하게 조작을 할 수 있도록 하였고, Computer로 자동으로 제어를 할 수 있게 하였다. 본 실험에 사용된 Nano-manipulator는 X,Y,Z 축의 각각에 나노 모터가 장착되어 있어 각 3축이 구동이 가능하며, 10nm의 미세구현이 가능하다.

탄소 나노튜브의 인장시험을 위해 먼저 나노튜브의 양끝부분을 텅스텐 팁과 힘 센서 끝부분에 부착을 시켰다. 이 때, 텅스텐 팁과 힘 센서 끝에 나노튜브를 부착하기 위해 SEM의 전자 빔을 이용 하였다. 텅스텐 팁과 힘 센서 끝 사이에 탄소나노튜브가 완전히 부착 되는 것을 확인하고, Nano-manipulator를 이용하여 탄소 나노튜브 인장시험을 실시하였다.

이 때, 인장시험을 실시하면서 실시간으로 탄소나노튜브의 인장시험되는 과정을 SEM을 통하여 직접 관찰하였다

Fig. 2는 탄소 나노튜브 인장시험을 위한 방법 및 절차를 나타낸 사진이다.

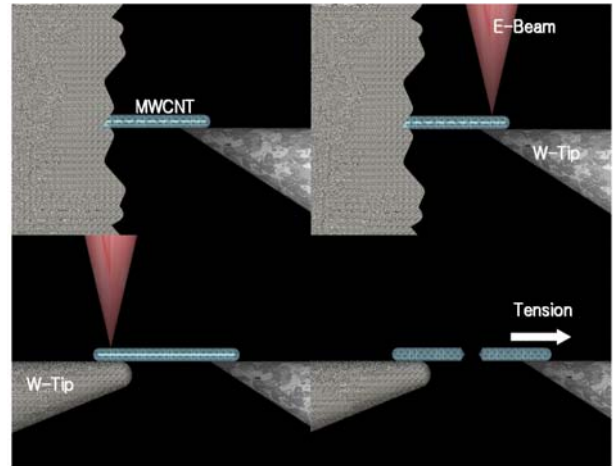


Fig. 2. Adhesion procedure of CNT on W-Tip and Force sensor for tensile test

## 결과 및 고찰

Fig. 3a)은 아크방전법으로 성장된 탄소나노튜브의 인장시험 전,후를 나타낸 것이고 Fig. 3b)는 열기상증착법으로 성장된 탄소나노튜브의 인장시험 전,후를 나타낸 사진이다.

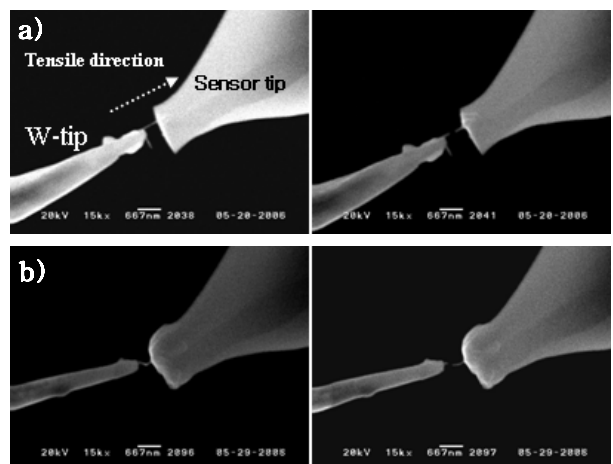


Fig. 3. a) Tensile test of Arc-discharged MWCNT. b) Tensile test of Thermal CVD grown MWCNT.

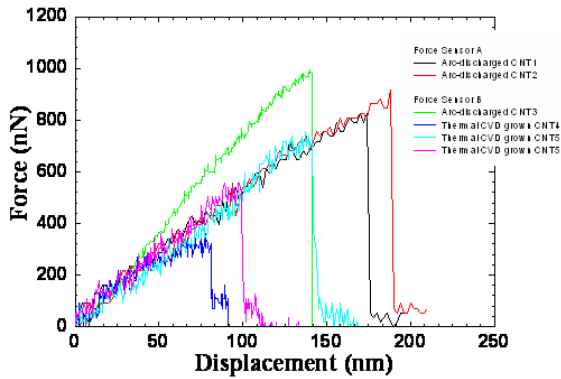


Fig. 4. Force-displacement curve after tensile test.

서로 다른 방법에 의해 성장된 탄소나노튜브에 대해서 인장시험을 하였을 때 Fig. 4와 같은 하중-변위의 그래프를 얻을 수 있었다. 이 그래프에서의 변위는 나노조작기의 진행거리를 나타내며, 이는 탄소나노튜브의 늘어난 길이에 해당되며, SEM을 통해 확인할 수 있었다. 하중은 힘 센서를 통하여 얻어낸 나노튜브의 인장하중을 나타낸다. 그래프에서 나타난 것과 같이 성장방법에 따른 탄소나노튜브의 인장하중의 차이를 보이고 있다.

그래프에서 나타났듯이 모든 시험에서 선형적으로 증가하는 부분이 나타났으며, 이는 나노튜브의 탄성구간이고 또한 이 구간이 나노튜브의 탄성계수를 결정짓는다. 각각의 탄소나노튜브의 항복강도는 아크방전법으로 성장된 탄소나노튜브는 약 800~1000nN으로 나타났으며, 열기상증착법으로 성장된 탄소나노튜브의 항복강도는 약 300~750nN으로 나타났다.

이는 두 가지의 탄소나노튜브의 형태와 결정에 의한 차이의 결과로 생각되어지고, 두 가지의 탄소나노튜브의 결정성을 확인하기 위해 Raman 분석을 하여 Fig. 5에 나타났다. 탄소나노튜브인 경우 Raman 결과에서 순수한 graphite 결합에 해당하는 G peak 와 결정결함을 나타내는 D peak의 상대적 intensity 차이로 탄소나노튜브의 결정성을 판단할 수 있다. 그래서 Fig. 5에 나타났듯이 소위 탄소의 결정결함을 나타내고 있는 D peak가 상대적으로 열기상증착법으로 성장된 탄소나노튜브가 아크방전법으로 성장된 탄소나노튜브보다 크게 나타났다. 결국 아크방전법으로 성장된

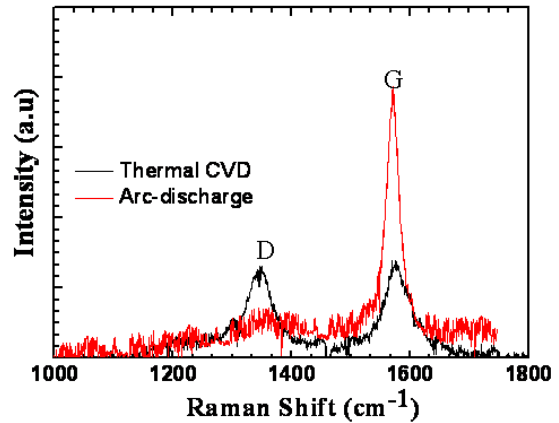


Fig. 5. Raman results of Arc-discharged and Thermal CVD grown MWCNT.

탄소나노튜브가 결정성이 더욱 좋은 것으로 나타났다. 탄소나노튜브의 형태와 결정성의 차이가 결국 인장시험을 통하여, 인장하중의 차이로 나타난 것으로 추정된다. 물론, 인장시험의 형평성을 위해 탄소나노튜브의 길이와 지름등이 같은 것으로 선택하여 인장시험을 하였다.

## 결론

SEM 내부에서 나노조작기에 의한 탄소 나노튜브의 인장시험을 하면서 실시간으로 인장시험 과정을 관찰하였으며, 성장방법이 서로다른 탄소나노튜브의 두 가지를 선택하여 인장시험을 실시하여, 탄소나노튜브의 형태와 결정성의 차이로 인한 탄소나노튜브의 인장하중의 차이를 측정 비교하였다. 이전에 아크방전법에 의해 성장된 탄소나노튜브는 탄성계수가 약 0.98TPa 로 계산되어졌다. 그래서 열기상증착법으로 성장된 탄소나노튜브의 탄성계수는 이보다 더작은 값으로 계산될 것으로 예상되나 아직 인장시험후 탄소나노튜브의 과단면을 보는 것은 실험적 많은 어려움이 있어 아직 실험 진행중이다. 차후 더 많은 탄소나노튜브의 인장시험을 통해, strain-stress 커브를 나타낼 수 있게 인장시험후 탄소나노튜브의 단면적을 계산하고, 탄소나노튜브의 탄성계수를 계산하여 성장방법에 따른 기계적, 역학적 특성을 비교할 수 있도록 하겠다.

## 후기

Authors acknowledge the Ministry of Science and Technology of Korea for financial support through Centre for Nanoscale Mechatronics & Manufacturing.

## 참고문헌

- (1) S. Iijima. 1991, "Helical Microtubules of Graphitic Carbon," *Nature*, Vol 354, pp. 56~8.
- (2) A.C. Dillon, K.M. Jones, T.A. Bekkedahl, C.H. Kiang, D.S. Bethune, M.J. Heben, 1997, "Storage of Hydrogen in Single-Walled Carbon Nanotubes," *Nature*, Vol 386, pp. 377~379.
- (3) P. Chen, X. Wu, J. Lin, K.L. Tan, 1999, "High H<sub>2</sub> Uptake by Alkali-Doped Carbon Nanotubes under Ambient Pressure and Moderate Temperatures," *Science*, 285, pp. 91.
- (4) A. Thess, R. Lee, P. Nikolaev, H. Dai, P. Petit, J. Robert, C. Xu, Y.H. Lee, S.G. Kim, A.G. Rinzler, D.T. Colbert, G.E. Seuseria, D. Tomanek, J.E. Fischer, R.E. Smalley, 1996, "Electronic Structure of Carbon Nanotubes with Chiral Symmetric," *Science*, Vol 273, pp. 483.
- (5) M.M.J. Treacy, T.W. Ebbesen, J.M. Gibson, 1996, "Exceptionally High Young's Modulus Observed for Individual Carbon Nanotubes,:" *Nature*, Vol. 381, pp. 678~680.
- (6) E. Hernandez, C. Goze, P. Bernier, A. Rubio, 1999, "Elastic Properties of Single-Wall Nanotubes," *Applied Physica A : Materials Science & Processing*, Vol. 68, No. 3, pp. 287~292.