

# 수직 가열로를 이용한 고순도 단일벽 탄소나노튜브 섬유의 합성

김태민<sup>a</sup> · 송우석<sup>a</sup> · 김유석<sup>a</sup> · 김수연<sup>a</sup> · 최원철<sup>b</sup> · 박종윤<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup>BK21 물리연구단 에너지과학과 성균관대학교, 수원 440-746

<sup>b</sup>재료연구부 전자재료센터 한국과학기술연구원(KIST), 서울 136-791

(2010년 7월 26일 받음, 2010년 9월 2일 수정, 2010년 9월 6일 확정)

본 연구에서는 수직 가열로(vertical furnace)를 이용하여 1150°C의 온도에서 섬유형태의 고순도 단일벽 탄소나노튜브(single-walled carbon nanotubes)를 합성하였다. 탄소나노튜브의 구조에 영향을 미치는 실험 변수인 페로센(ferrocene)의 농도, 혼합 용액의 주입 속도, 싸이오펜(thiophene)의 농도, 수소(H<sub>2</sub>)의 주입 양을 조절하여 고순도의 단일벽 탄소나노튜브 섬유의 최적화된 대량 합성 조건을 확립하였다. 또한 각 요인들이 탄소나노튜브의 생성에 미치는 영향에 대해 논의하였다. 분석 결과, 최적화된 조건에서 1.16~1.64 nm의 직경을 가진 고순도의 단일벽 탄소나노튜브가 다발(bundle) 구조로 정렬되어 있음을 확인할 수 있었다.

**주제어** : 단일벽 탄소나노튜브, 수직 가열로, 페로센, 싸이오펜

## I. 서 론

탄소나노튜브(carbon nanotubes)는 탄소원자가 육각형 벌집구조(hexagonal honeycomb structure)로 결합되어 튜브형태를 이루고 있는 물질로써 말린 각도(chirality)와 직경에 따라서 반도체 혹은 도체의 특성을 지닌다 [1]. 또한, 물리적인 강도, 화학적 안정성이 뛰어나 전계 효과 트랜지스터(field effect transistor) [2], 박막 트랜지스터(thin-film transistors) [3], 논리 게이트(logic gates) [4], 디스플레이 및 X선 방출원을 위한 전계방출원(field emitter) [5], 태양전지(solar cell) [6] 등의 전자소자분야에서 이를 활용하려는 연구가 활발히 진행되고 있다. 하지만 다양한 분야에서 탄소나노튜브를 응용하기 위해서는 탄소나노튜브의 고순도화, 대량 합성기술이 필수적으로 요구된다. 탄소나노튜브의 합성 방법 중 아크방전(arc-discharge)법과 레이저 증발(laser ablation)법은 고순도의 단일벽 탄소나노튜브를 대량 합성하기 어려운 단점을 가지고 있다 [7-15]. 또한 화학기상증착(chemical vapor deposition, CVD)법은 합성과정의 간편성과 비교적 높은 성장률, 다양한 형태의 탄소나노튜브의 생산이 용이하기 때문

에 가장 일반적인 방법으로 이용되고 있으나 [16-20], 대량 생산 측면에서 문제점을 지니고 있다. 이러한 문제를 해결하기 위해, 탄소공급원과 촉매를 혼합한 후 액체 형태로 고온의 수직로에 연속적으로 주입하여 고순도의 탄소나노튜브를 대량 합성하는 방법이 보고된 바 있다 [21]. 이 방법은 섬유형태의 탄소나노튜브를 후처리 과정 없이 대량 합성할 수 있다는 장점을 지닌다. 이러한 방법을 통해 합성된 탄소나노튜브 섬유(specific stress: ~6 N/TEX)는 현재 상용화 되고 있는 케브라(Kevlar 49) 섬유(specific stress: ~2 N/TEX)보다 뛰어난 물리적 특성을 지닌다고 보고된 바 있었다 [22].

본 연구에서는 수직 가열로를 이용하여 단일벽 탄소나노튜브를 합성하였다. 합성과정에서 탄소 공급원인 에탄올(ethanol, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH)에 혼합된 촉매공급원인 페로센(ferrocene, Fe (C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>)의 양과 용액이 주입되는 속도, 촉매 활성제로 이용된 싸이오펜(thiophene, C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>S)의 양, 그리고 캐리어 가스인 H<sub>2</sub>의 양을 체계적으로 조절하여 고순도 단일벽 탄소나노튜브의 대량생산을 위한 적정조건을 확립하였다.

\* [전자우편] cypark@skku.edu

## II. 실험방법

본 연구에서는 고온(1,150°C)의 수직로에 페로센과 싸이오펜을 다양한 비율로 섞은 에탄올을 H<sub>2</sub> 가스와 함께 주입하여 단일벽 탄소나노튜브를 합성하였다. 에탄올과 페로센은 각각 탄소공급원과 촉매금속인 철의 공급원으로 사용하였으며, 촉매인 철과 탄소의 반응을 활성화시키기 위해 싸이오펜을 첨가하였다. 이때, 페로센과 싸이오펜의 양을 각각 0.1~0.3 wt%와 0.05~0.4 wt%로 변화시켜 다양한 조합의 용액을 준비하였다. 제작된 용액을 20~90 ml/h의 속도로 캐리어 가스인 H<sub>2</sub> (0.6~1.4 L/min)와 함께 가열로 내부로 주입하였다. 실험장비와 용액의 제작과정에 대한 모식도를 Fig. 1에 간략히 나타내었다. 이러한 과정을 통해 합성된 탄소나노튜브 섬유는 결정성, 직경의 정보를 라만 분광기(Raman spectroscopy, Renishaw 1,000 micro-Raman spectrometer, λ = 632.8 nm)를 이용해 분석하였으며, 구조적인 특징을 주사전자 현미경(scanning electron microscopy, SEM, JEOL, JSM6700F)과 투과전자현미경(transmission electron microscopy, TEM, JEOL, JEM2100F)을 통해 관측하였다.

## III. 실험결과 및 고찰

촉매 금속은 직접적으로 탄소나노튜브가 생성되는데 기여하기 때문에, 그 양은 실제로 생성되는 탄소나노튜브의 양과 비례한다. 하지만, 탄소공급원인 에탄올에 비해 상대적으로 많은 양의 촉매를 사용하게 되면 과잉 공급된 철이 불순물로

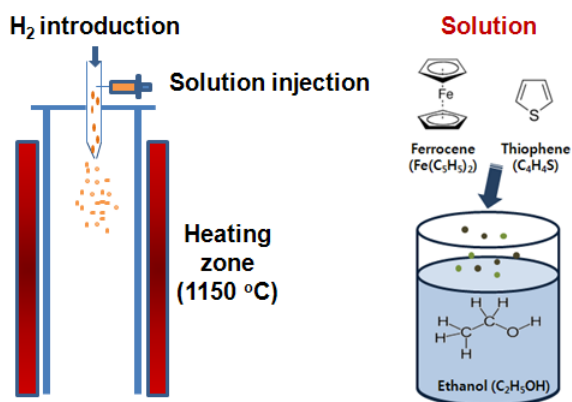


Figure 1. Schematic illustration of vertical furnace and catalyst- and carbon precursor-contained solution.

작용하여 생성된 탄소나노튜브의 특성을 저해하는 요인이 될 수 있다. 그러므로 용액을 제조할 때, 가장 우선적으로 고려해야할 요인이 탄소공급원에 대한 촉매금속의 혼합비를 정하는 것이다. Fig. 2는 혼합용액에서의 페로센 농도 변화에 따른 탄소나노튜브의 구조적 특성을 조사한 결과로써, Fig. 2(a-c)는 라만 분광법을 이용하여 분석한 결과이고, Fig. 2(d), 2(e)는 각각 TEM, SEM 측정결과이다. 일반적으로 라만 분광 측정으로부터 탄소나노튜브의 결정성, 직경 및 결합 정도에 대한 정보를 확인할 수 있다. 100~300 cm<sup>-1</sup>의 영역에서 나타나는 신호인 radial breathing mode (RBM)로부터 단일벽 탄소나노튜브의 생성 여부와 그 직경을 계산할 수 있다. 또한 1300 cm<sup>-1</sup> 부근에서는 결합 및 불순물에 관련된 D-band가, 1600 cm<sup>-1</sup> 부근에서는 나노튜브의 sp<sup>2</sup> 탄소 결합과 관련된 G-band가 나타나는데, 이 두 피크의 상대적인 비(G/D ratio)를 계산함으로써 나노튜브의 결정성 및 결합 정도를 확인할 수 있다. Fig. 2(a)는 RBM 영역에서의 스펙트럼을 보여주고 있다. 페로센의 양을 0.1~0.3 wt%로 변화시킨 결과, 전반적으로 단일벽 탄소나노튜브가 잘 생성됨을 확인할 수 있지만, 페로센의 양과 생성되는 나노튜브 직경과의 연관성은 확인할 수 없었다. 그래프에 표시한 탄소나노튜브의 직경은 주파수와 직경간의 상관관계식인  $w \text{ (cm}^{-1}\text{)} = 248/d \text{ (nm)}$ 의 식을 이용하여 계산하였고 [23], 그 결과, 약 0.89~1.74 nm의 분포를 가진 단일벽 탄소나노튜브들이 합성된 것을 확인할 수 있었다. Fig. 2(b)는 D-, G-band 영역의 라만 스펙트럼을 보여준다. 페로센 양의 변화에 따른 G-band의 변화는 확인할 수 없는 반면에, D-band의 변화는 확인할 수 있었다. 페로센 양이 0.25 wt% 이하인 경우에는 페로센의 양이 증가함에 따라 D-band의 크기가 감소하는데, 0.25 wt% 이상에서는 증가하는 양상을 보이고 있다. 이러한 결과는 페로센 양이 상대적으로 적은 경우(<0.25 wt%)에는 촉매인 철 입자보다 많은 양의 탄소가 공급되어 철과 반응하지 못한 잉여탄소가 비정질 탄소를 형성하기 때문에 D-band가 증가하는 것이라 예상된다. 또한 페로센 양이 상대적으로 많은 경우(>0.25 wt%) 생성되는 D-band는 과잉 공급된 철 입자가 결합으로 작용한 것이라 예상할 수 있다. 이것을 페로센 양의 변화에 따른 G/D로 확인한 결과(Fig. 2(c)), 페로센 양이 0.25 wt%인 경우, 합성된 단일벽 탄소나노튜브의 결정성이 가장 우수한 것을 확인할 수 있다. Fig. 2(d)는 페로센을 최적 농도인 0.25 wt%로 첨가하여 분사한 경우, 합성된 탄소나노튜브의 TEM 측정결과를 보여준다. 합성된 튜브는 단일벽 탄소

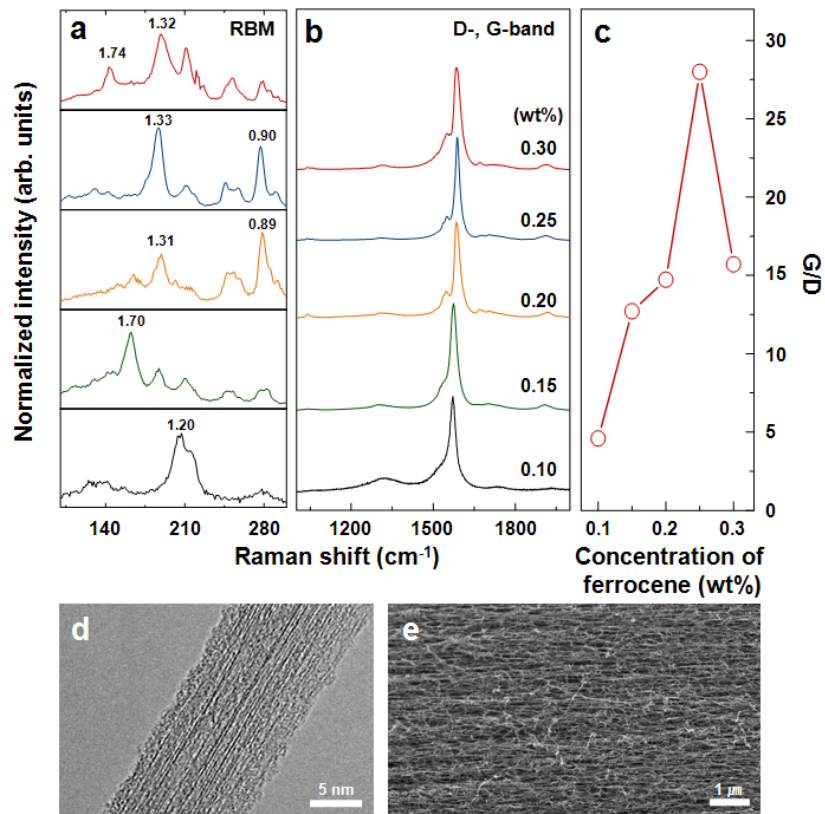


Figure 2. Raman spectra with an excitation wavelength of 632.8 nm of synthesized CNTs at various concentrations of the ferrocene (0.1–0.3 wt%) (a) RBM (100–300  $\text{cm}^{-1}$ ) spectra, (b) D- and G-band (1,000–2,000  $\text{cm}^{-1}$ ) spectra, (c) area ratio of G- and D-band as a function of the concentration of ferrocene, (d) TEM, and (e) SEM image of the CNTs grown using the ferrocene of 0.25 wt%.

나노튜브의 다발(bundle) 형태로 구성되어 있는 것을 확인할 수 있다. Fig. 2(e)는 최적 농도인 페로센을 이용하여 합성된 탄소나노튜브의 SEM 측정 결과로 일정한 방향으로 탄소나노튜브가 정렬되어 있는 것을 확인할 수 있으며, 이는 캐리어 가스인  $\text{H}_2$ 가 한 방향으로 흐름으로써 나타나는 현상이라고 유추할 수 있다. 정렬된 탄소나노튜브 간의 반데르발스(van der Waals) 힘으로 인해 우수한 기계적 성질을 지닌 다발형태의 섬유가 합성 되었으리라 예상하며, 섬유의 기계적 강도 측정 연구를 진행 중이다.

다음은 용액의 주입속도의 변화에 따른 탄소나노튜브의 구조 변화를 조사하였다. 페로센의 농도를 0.25 wt%로 고정시킨 혼합 용액을 사용하여 주입속도를 20~90 ml/h로 변화시켜 탄소나노튜브를 합성하였다. Fig. 3(a)는 각각의 조건에서 합성된 탄소나노튜브의 라만 스펙트럼 결과를 보여준다. 혼합 용액 주입속도와 D-band의 세기(intensity)와 반치폭(full width at half maximum, FWHM)이 비례하는 양상을 보임을 확인할 수 있다. G-band의 모양은 주입속도가 증가하면서

변화하게 되는데, 40 ml/h에서 50 ml/h로 증가하는 시점에서부터 G-band의  $\sim 1550 \text{ cm}^{-1}$ 의 위치에서 금속성 단일벽 탄소나노튜브의 존재와 관련된 BWF lineshape (검은색 화살표)이 사라지게 되고,  $\sim 1605 \text{ cm}^{-1}$ 의 위치에서 피크의 숄더(shoulder)가 나타나는 결과를 확인할 수 있다(빨간색 화살표). 이 신호는 불순물과 연관된 D-band로써 다중벽 탄소나노튜브(multi-walled carbon nanotubes)에서만 관찰된다고 보고되었다 [24]. 따라서 합성된 탄소나노튜브의 구조가 혼합용액 주입속도가 증가함에 따라 점차적으로 단일벽 탄소나노튜브에서 다중벽 탄소나노튜브로 변화되는 것이라 유추할 수 있다. 이런 현상은 혼합 용액이 노즐을 통해 수직 가열로 내부로  $\text{H}_2$  가스와 함께 분사될 때, 주입속도가 50 ml/h 이상일 경우에는 철 입자의 응집(agggregation)현상이 일어나게 되고 큰 크기의 철 촉매입자로부터 다중벽 탄소나노튜브가 합성되는 것으로 생각할 수 있다. Fig. 3(b)는 혼합 용액 주입속도의 변화에 따른 G/D 값을 나타냈으며, Inset 결과는 30~90 ml/h 범위의 G/D 값을 확대하여 표시하였다. 이 결과를 통해

G/D 값은 혼합 용액 주입속도가 증가할수록 감소하는 결과를 확인할 수 있다. Fig. 3(c)는 수직 가열로에 혼합 용액을 20~40 ml/h의 속도로 주입하여 합성된 단일벽 탄소나노튜브의 RBM 스펙트럼을 보여준다. 혼합 용액 주입속도가 20~40

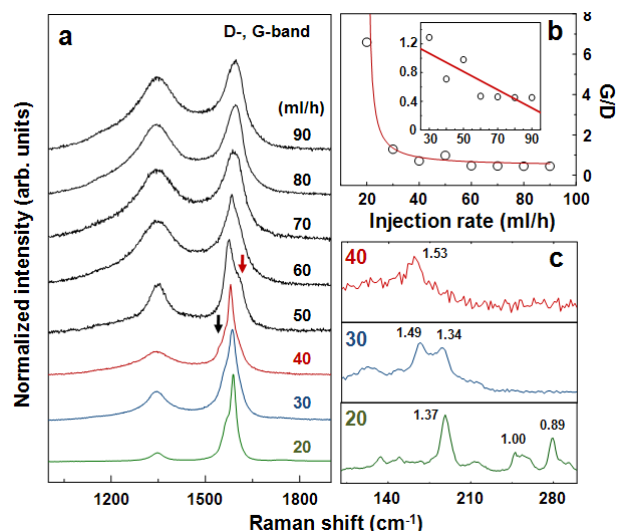


Figure 3. Raman spectra of the CNTs grown at various injection rates (20–90 ml/h) of the solution (a) D- and G-band spectra, (b) area ratio G- and D-band as a function of the injection rate, and (c) RBM spectra of the CNTs grown at injection rates of 20, 30, and 40 ml/h, respectively.

ml/h 사이인 경우에는 단일벽 탄소나노튜브가 생성되며, 주입속도가 증가함에 따라 직경이 점차적으로 커지는 양상을 확인할 수 있다. 반면에 주입속도가 40 ml/h 이상에서는 RBM 신호를 확인할 수 없다. 이는 생성된 탄소나노튜브의 직경이 증가한 것을 의미하며, 앞서 Fig. 3(a)에서 설명한 BWF lineshape과 D'-band의 상관관계와 일치하는 경향을 확인할 수 있다.

일반적으로 탄소나노튜브의 형성은 촉매인 철이 용융되는 상태에서 탄소원자가 철의 내부로 확산(diffusion)된 후, 석출(precipitation)되면서 진행된다고 보고되었다. 최근에는 황 화합물인 싸이오펜을 촉매 활성화제로 이용하면 철의 녹는점을 감소시키고, 비정질 탄소를 제거하여 낮은 온도에서 고순도의 탄소나노튜브의 합성이 가능하다는 결과가 보고되었다 [25]. 본 연구에서는 싸이오펜의 농도를 변화시켜 합성된 탄소나노튜브의 특성을 라만 분광법을 통해 분석하였다. 앞선 실험을 통해 확립한 최적 조건인 페로센 0.25 wt%와 20 ml/h의 혼합 용액 주입속도를 선택하였다. Fig. 4(a)는 싸이오펜의 농도를 0.05~0.40 wt%로 변화시켜 합성된 탄소나노튜브의 RBM 스펙트럼을 보여준다. 합성된 단일벽 탄소나노튜브의 직경은 0.88~1.69 nm의 분포를 가짐을 확인할 수 있다. Fig. 4(b)의 스펙트럼을 통해서 싸이오펜의 농도와 관련없이 매우 작은 세기의 D-band가 검출되는 것을 알 수 있으며, 농도가 0.1 wt%인 경우 합성된 탄소나노튜브가 가장 우수한

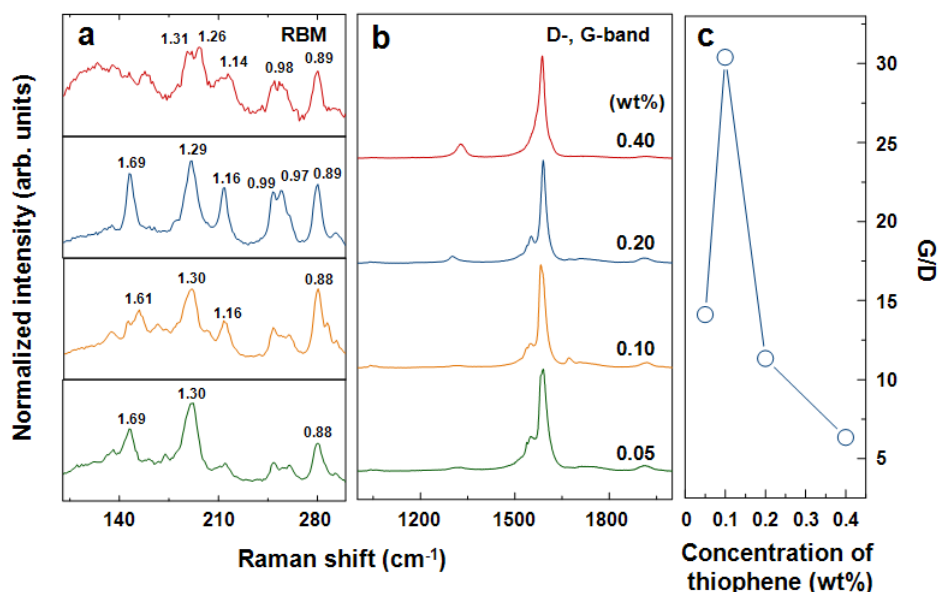


Figure 4. Raman spectra of the CNTs at various concentration of thiophene (0.05–0.40 wt%) (a) RBM spectra, (b) D- and G-band spectra, and (c) area ratio of G- and D- band as a function of the concentration of thiophene.

결정성을 가지는 것을 G/D 값의 변화를 통해 확인할 수 있다 (Fig. 4(c)).

위의 실험결과로부터 고순도 단일벽 탄소나노튜브의 합성에 최적화된 실험 조건들을 고정시키고 마지막 변수로써, 캐리어 가스로 사용되는 H<sub>2</sub>의 주입 양을 0.6~1.4 ml/h로 변화시켜 탄소나노튜브를 합성하였다. 탄소나노튜브 합성 시 H<sub>2</sub>의 역할은 원료 물질을 희석시켜서 반응로 내부로 주입시키는 양을 조절하는 것과 생성된 비정질 탄소나 잉여의 불순물 등과 반응하여 배기시킴으로서 생성된 탄소나노튜브의 순도를 향상시키는 것이다. 그러나 원료에 비해서 과도한 양이 주입되면, 오히려 생성된 탄소나노튜브를 공격해서 벽에 결함을 만드는 경우가 발생할 수 있다. 그러므로 앞서 언급한 촉매나 촉매활성제의 양 조절과 더불어 캐리어 가스인 H<sub>2</sub>의 양 조절도 양질의 탄소나노튜브를 생산하는데 중요한 요소라 할 수 있다. Fig. 5(a)는 H<sub>2</sub> 주입 양의 변화에 따라 합성된 탄소나노튜브의 RBM 스펙트럼을 보여준다. 본 연구에서 사용한 H<sub>2</sub>양의 범위 내에서는 모두 단일벽 탄소나노튜브가 합성되었고, 그 직경분포도 0.88~1.71 nm로 H<sub>2</sub>양의 변화와의 연관성은 확인할 수 없었다. 그러나 H<sub>2</sub>가 D-band와 G-band의 세기에 영향을 미친다는 것을 Fig. 5(b)를 통해서 알 수 있다. 즉, H<sub>2</sub>의 양이 증가할수록 D-band의 세기가 줄어드는 것으로 미루어, 본 연구에서 사용한 H<sub>2</sub>양의 변화 범위 내에서

는 H<sub>2</sub>가 비정질 탄소 및 기타 불순물들을 제거하는 역할을 하며, 생성된 탄소나노튜브와 반응하여 벽에 결함을 생성하지는 않는 것으로 예상할 수 있다. 그러므로 생성되는 탄소나노튜브의 순도는 H<sub>2</sub>의 양이 증가할수록 향상되며, 이는 H<sub>2</sub>양에 따른 G/D를 통해서 확인할 수 있다 (Fig. 5(c)).

Fig. 6(a-d)는 앞서 확립한 최적조건에 근거하여 합성된 탄소나노튜브 섬유의 SEM과 실제 사진을 보여준다. 제작된 섬유의 직경은 약 200 μm이며, 1시간 합성한 결과 7.25 g의 단일벽 탄소나노튜브를 얻을 수 있었다. 이는 앞서 언급한 것과 같이, 고순도 단일벽 탄소나노튜브의 대량생산과 섬유제작 가능성을 보여주는 결과라 할 수 있다.

#### IV. 결론

본 연구에서는 수직구조의 가열로를 이용하여 고순도의 단일벽 탄소나노튜브 섬유를 합성하였다. SEM, TEM, 그리고 라만 분광법을 이용하여 탄소나노튜브의 기하학적인 구조 및 순도에 영향을 미치는 실험변수(페로센의 농도, 혼합 용액의 주입속도, 싸이오펜의 농도, H<sub>2</sub> 주입 양)의 변화에 따른 영향을 확인하였다. 이를 통해 우수한 결정성을 가진 단일벽 탄소나노튜브 섬유를 대량 합성할 수 있는 조건을 확립하였으

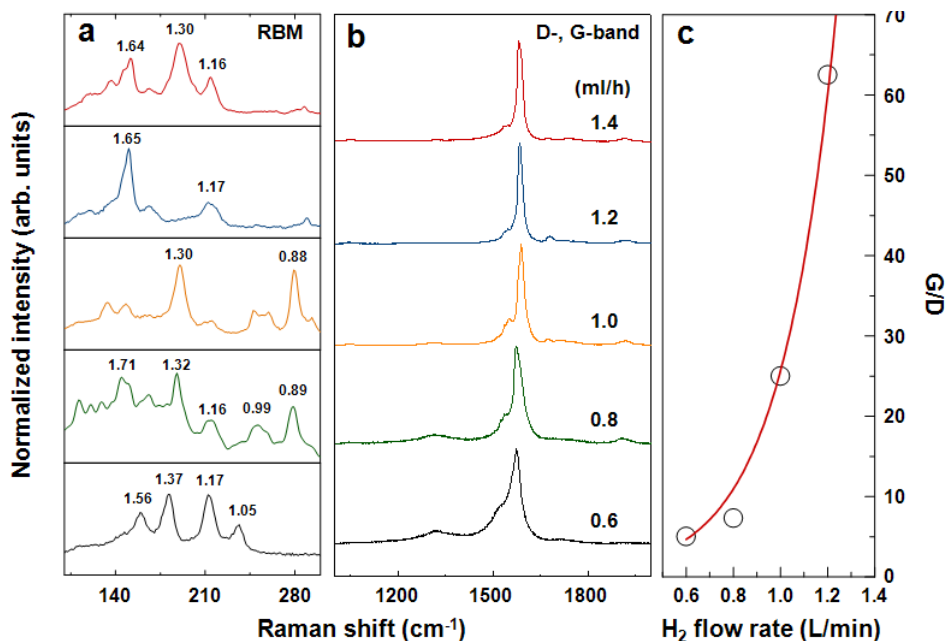


Figure 5. Raman spectra of the CNTs at various flow rates of H<sub>2</sub> carrier gas (0.6–1.4 ml/h) (a) RBM spectra, (b) D- and G-band spectra, and (c) area ratio of G- and D- band as a function of the H<sub>2</sub> flow rate.

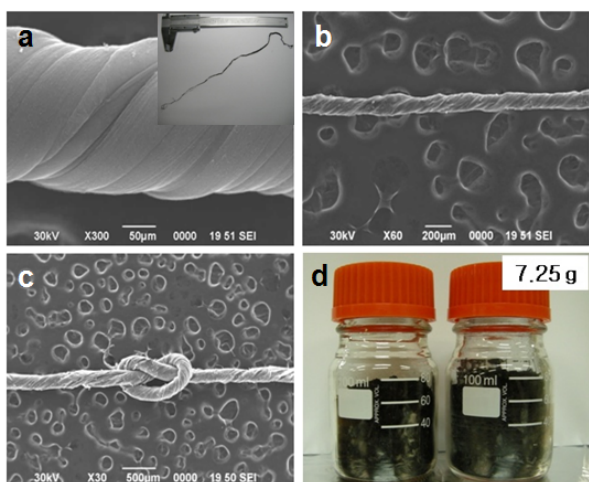


Figure 6. (a–c) SEM images of twisted CNT fiber, inset of fig. 6(a) showing photograph of the synthesized CNT fiber, and (d) Photograph of the CNTs (7.25 g) synthesized by vertical furnace for 1 hour with introducing the catalyst and carbon source mixture solution (20 ml).

며, 이러한 결과는 앞서 언급한 탄소나노튜브의 다양한 응용에 놓인 걸림돌을 해결할 수 있는 가능성을 제시하리라 예상된다.

### 감사의 글

본 연구는 한국연구재단을 통해 교육과학기술부의 세계수준의 연구중심대학육성사업(WCU)으로부터 지원받아 수행되었습니다(R31-2008-000-10029-0).

### 참고문헌

[1] R. Saito, G. Dresselhaus, and M. S. Dresselhaus, "Physical Properties of Carbon Nanotubes" Imperial College, London (1998). Dresselhaus, Phys. Rev. Lett. **86**, 1118 (2001).  
 [2] A. Javey, J. Guom, Q. Wang, M. Lundstrom, and H. Dai, Nature **424**, 654 (2003).  
 [3] Q. Cao, M. -G. Xia, M. S. Shim, and A. Rogers, Adv. Funct. Mater. **16**, 2335-2362 (2006).  
 [4] D. Ferrer, T. Tanii, I. Matsuya, G. Zhong, S. Okamoto, and H. Kawarada, Appl. Phys. Lett. **88**, 033116 (2006).

[5] J. U. Lee, Appl. Phys. **87**, 073101 (2005).  
 [6] D. Kondo, S. Sato, and Y. Awano, Chem. Phys. Lett. **422**, 481-487 (2006).  
 [7] E. F. Kukovitsky, S. G. Lvov, and N. A. Sainov, Chem. Phys. Lett. **317**, 65 (2000).  
 [8] Y. Ando, X. Zhao, H. Kataura, Y. Achiba, K. Kaneto, M. Tsuruta, S. Uemura, and S. Iijima, Diamond Relat. Mater. **9**, 847 (2000).  
 [9] N. Demoncey, O. Stephan, N. Brun, C. Colliex, A. Liseau, and H. Pascard, Synth. Met. **103**, 2380 (1990).  
 [10] B. Liu, T. Wagberg, E. Olssen, R. Yang, H. Li, S. Zhang, H. Yang, G. Zou, and B. Sundqvist, Chem. Lett. **320**, 365 (2000).  
 [11] Z. Shi, Y. Lian, X. Zhou, Z. Gu, Y. Zhang, S. Iijima, H. Li, K. T. Yue, and S. Zhang, J. Phys. Chem. B. **103**, 8698 (1999).  
 [12] C. H. Kiang, J. Phys. Chem. A. **104**, 2454 (2000).  
 [13] W. K. Maser, E. Munoz, A. M. Benito, M. T. Martinez, G. F. Fuente, Y. Maniette, E. Anglaret, and A. Righi, Chem. Phys. Lett. **292**, 587 (1998).  
 [14] M. Yudasaka, T. Komatsu, T. Ichihashi, and S. Iijima, Chem. Phys. Lett. **278**, 102 (1997).  
 [15] M. Yudasaka, M. Zhang, and S. Iijima, Chem. Phys. Lett. **323**, 549 (2000).  
 [16] M. S. Dresselhaus, G. Dresselhaus, and P. Eklund, "Science of Fullerenes and Carbon Nanotubes", Academic Press, San Diego (1996).  
 [17] R. Baughman, A. Zakhidov, and W. de Heer, Science **297**, 787 (2002).  
 [18] M. Terrones, J. Endo, A. Rao, Y. Kim, T. Hayashi, J. -C. Charlier, G. Dresselhaus, and M. Dresselhaus, Mater. Today **30** (2004).  
 [19] W. Song, W. C. Choi, C. Jeon, D. H. Ryu, S. Y. Lee, Y. S. Shin, and C. -Y. Park, J. Korean Vac. Soc. **16**, 377 (2007).  
 [20] Y. S. Kim, W. S. Song, S. Y. Lee, W. C. Choi, and C. Y. Park, J. Korean Vac. Soc. **18**, 229 (2009).  
 [21] Y. Li, I. Kinloch, and A. H. Windle, Science **304**, 276 (2004).

- [22] K. Koziol and A. H. Windle, *Science* **318**, 1892 (2007).
- [23] A. Jorio, R. Saito, J. H. Hafner, C. M. Lieber, M. Hunter, T. McClure, G. Dresselhaus, and M. S. Dresselhaus, *Phys. Rev. Lett.* **86**, 1118 (2001).
- [24] A. M. Rao, A. Jorio, M. A. Pimenta, M. S. S. Dantas, R. Saito, G. Dresselhaus, and M. S. Dresselhaus, *Phys. Rev. Lett.* **84**, 1820 (2000).
- [25] M. S. Motta, A. Moisala, I. A. Kinloch, and A. H. Windle, *J. Nanosci. Nanotechnol.* **8**, 2442 (2008).

## Synthesis of High-Quality Single-Walled Carbon Nanotube Fibers by Vertical CVD

Tae Min Kim<sup>a</sup>, Wooseok Song<sup>a</sup>, Yoo Seok Kim<sup>a</sup>, Soo Youn Kim<sup>a</sup>,  
Won Chel Choi<sup>b</sup>, and Chong-Yun Park<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup>*BK21 Physics Research Division and Department of Energy Science, Sungkyunkwan University, Suwon 440-746*

<sup>b</sup>*Electronic Materials Research Center, Korea Institute of Science & Technology (KIST), Seoul 136-791*

(Received July 26, 2010, Revised September 2, 2010, Accepted September 6, 2010)

Many routes have been developed for the synthesis of single-walled carbon nanotubes (SWCNTs). We spun fibers of SWCNTs directly from vertical furnace using a liquid source of carbon and an iron-contained molecule. The solution was prepared by ethanol as a carbon source, in which ferrocene as a catalyst, thiophene were dissolved. It was then injected from the top of the furnace into hot zone with hydrogen as a carrier gas. We successfully synthesized high-quality SWCNTs by adjusting the various experimental conditions, such as concentration of ferrocene, solution injection rate, concentration of thiophene, and hydrogen flow rate. Measurement of Raman spectroscopy, scanning electron microscopy, and transmission electron microscopy were carried out to find the optimized conditions. The synthesized SWCNTs (1.16~1.64 nm) appeared a bundle structure and well-aligned parallel to the direction of furnace. These results also provide an simple way for high-quality SWCNTs mass production and fabricating direct spinning SWCNTs fiber. It will allow one-step production of SWCNTs fiber with potentially excellent properties and wide-range applications.

Keywords : Single-walled carbon nanotubes, Vertical furnace, Ferrocene, Thiophene

\* [E-mail] cypark@skku.edu