



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년07월04일
(11) 등록번호 10-1415175
(24) 등록일자 2014년06월27일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 31/02 (2006.01) B01J 19/12 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2012-0156450
(22) 출원일자 2012년12월28일
심사청구일자 2012년12월28일
(56) 선행기술조사문헌
KR1020070114327 A*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
인하대학교 산학협력단
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
박동화
서울 서초구 잠원로 88, 303동 204호 (잠원동, 신반포아파트)
김태희
경기 부천시 소사구 경인로120번길 11, 101동 213호 (송내동, 청실아파트)
백중준
서울 관악구 관악로 133, 102동 1101호 (봉천동, 건영아파트6차)
(74) 대리인
이원희

전체 청구항 수 : 총 5 항

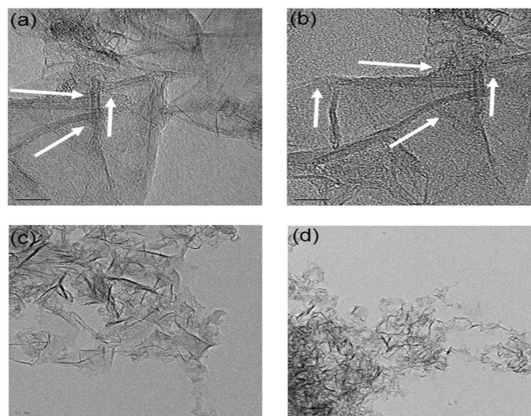
심사관 : 임도경

(54) 발명의 명칭 열플라즈마를 이용한 그래핀의 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 열플라즈마를 이용한 그래핀의 제조 방법에 관한 것으로, 구체적으로 그래핀 제작 방법에 열플라즈마 발생가스로서 아르곤과 함께 수소를 주입하여 플라즈마의 양단에 걸리는 전압이 증가시켜 고순도 극소층 그래핀(Few layer graphene)을 합성하는 방법을 제공함으로써 후처리공정 및 촉매로 사용되는 금속나노분말을 사용하지 않는 고품질 그래핀을 생산하는 방법을 제공하므로 유용하게 이용할 수 있다.

대표도 - 도7



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 44947-1

부처명 한국산업기술진흥원

연구사업명 지역혁신센터(RIC)

연구과제명 2012년도 열플라즈마환경기술연구센터 사업(정부 및 산업체지원금) 박동화

기 여 율 1/1

주관기관 준정부기관

연구기간 2012.03.01 ~ 2013.02.28

특허청구의 범위

청구항 1

i) 플라즈마 토치와 기관이 구비된 반응기에서 플라즈마 토치로 열을 가하면서, 메탄가스(CH_4) 및 수소가스를 플라즈마 토치 노즐 내부의 제 1 경로를 통해 반응기로 주입하는 단계;
ii) 상기 단계 i)의 반응기에서 아르곤가스(Ar) 및 수소가스를 상기 플라즈마 토치 노즐 내부의 제 2 경로를 통해 반응기로 주입하여, 열 플라즈마를 생성시키는 단계를 포함하는,
열플라즈마를 이용한 그래핀의 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서, 상기 단계 i)의 반응기에서 플라즈마 토치 및 기관의 거리는 14 cm인 것을 특징으로 하는, 열 플라즈마를 이용한 그래핀의 제조방법.

청구항 3

제 1항에 있어서, 상기 단계 i)의 수소가스의 유량은 1.0 내지 3.0 L/min인 것을 특징으로 하는, 열플라즈마를 이용한 그래핀 제조방법.

청구항 4

제 1항에 있어서, 상기 단계 ii)의 수소가스의 유량은 1.5 L/min인 것을 특징으로 하는 열플라즈마를 이용한 그래핀 제조방법.

청구항 5

삭제

청구항 6

제 1항에 있어서, 상기 단계 2)의 기관은 흑연기관, 실리콘기관, 전이금속기관, 및 복합재료기관으로 이루어진 군으로부터 선택된 1종인 것을 특징으로 하는 열플라즈마를 이용한 그래핀 제조방법.

명세서

기술 분야

[0001] 본 발명은 열플라즈마를 이용한 그래핀의 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 그래핀(graphene)은 탄소원자들이 2차원 상에서 벌집모양의 배열을 이루면서 원자 한 층의 두께를 가지는 전도성 물질이다. 3차원으로 쌓이면 흑연, 1차원적으로 말리면 탄소 나노튜브, 공모양이 되면 0차원 구조인 풀러렌(Fulleren)을 이루는 물질로서 다양한 저차원 나노 현상을 연구하는데 중요한 모델이 되어 왔다. 그래핀은 구조적 및 화학적으로 매우 안정할 뿐 아니라, 매우 뛰어난 전도체로서 실리콘보다 100배 빠르게 전자를 이용시키고, 구리보다도 약 100배 가량 더 많은 전류를 흐를 수 있다는 것으로 예측되었다. 이러한 그래핀의 특성은

2004년 흑연으로부터 그래핀을 분리하는 방법이 발견되면서 그동안 예측되어 왔던 특성들이 실험적으로 확인되었다.

[0003] 그래핀은 상대적으로 가벼운 원소인 탄소만으로 이루어져 1차원 또는 2차원 나노 패턴을 가공하기가 매우 용이하다는 장점이 있으며, 이를 활용하면 반도체-도체 성질을 조절할 수 있을 뿐 아니라 탄소가 가지는 화학결합의 다양성을 이용해 센서, 메모리 등 광범위한 소자의 제작도 가능하다. 그래핀은 2008년에는 MIT에서 선정한 세계 100대 미래기술로 선정되기도 하였으며 최근 국내에서도 한국 화학기술 평가원 및 삼성경제연구소가 그래핀 관련 기술을 10년 이내 우리의 삶을 뒤바꿀 10대 기술로 선정하기도 하였다.

[0004] 국내 그래핀 관련 연구는 지난해 비로소 소규모 국가 과제가 시작되었을 정도로 아직 초기 단계이며, 미국, 일본 및 유럽 등에 비해 크게 뒤쳐져 있는 상황이다.

[0005] 이상에서 언급한 그래핀의 뛰어난 전기적, 기계적 및 화학적 성질에도 불구하고 그동안 고순도 합성법이 개발되지 못했기 때문에 실제 적용 가능한 기술에 대한 연구는 매우 제한적이었다. 종래의 대량합성법은 주로 흑연을 기계적으로 분쇄하여 용액상에 분산시킨 후 자기 조립현상을 이용해 박막으로 만드는 것이었다. 비교적 저렴한 비용으로 합성할 수 있다는 장점이 있지만 수많은 그래핀 조각들이 서로 겹치면서 연결된 구조로 인해 전기적 및 기계적 성질은 기대에 미치지 못했다.

[0006] 최근 급격히 늘어난 평판 디스플레이의 수요로 인해 세계 투명전극 시장은 향후 10년 안에 20조 원대로 성장할 것으로 예상된다. 디스플레이 산업이 발전한 우리나라의 특성상 해마다 투명전극의 국내 수요도 수천억 원에 이르지만, 원천기술의 부족으로 대부분 수입에 의존하고 있다. 대표적인 투명전극인 ITO(Indium tin oxide)는 디스플레이, 터치스크린 및 태양전지 등에 광범위하게 응용되고 있지만 최근 인듐의 고갈로 인해 단가가 상승하면서 대체물질의 시급한 개발이 요구되어 왔다. 또한, 깨어지기 쉬운 ITO의 특성으로 인해 접거나 휘거나 늘일 수 있는 차세대 전자제품으로 응용이 큰 제약을 받아왔다. 이에 반해, 그래핀은 뛰어난 신축성, 유연성 및 투명도를 동시에 가지면서도 상대적으로 간단한 방법으로 합선 및 패터닝이 가능하다는 장점을 가질 것으로 예측되었다. 이러한 그래핀 전극은 향후 애항 생산 기술이 확립할 수 있는 경우 수입 대체 효과뿐만 아니라 차세대 플렉시블 전자 산업 기술 전자 산업 기술 전반에 혁신적인 파급을 미칠 것으로 예상된다.

[0007] 하지만, 이러한 그래핀을 화학기상 증착법(Cheical vapor deposition, CVD)과 같이 일반적으로 만들 경우 그래핀의 층상 구조 내에 불순물이 들어가게 되고, 이와 같이 층상 구조 내에 불순물이 혼합되어 그래핀 고유의 전기 전도도와 투명도를 확보하기 어려운 문제가 생긴다.

[0008] 또한, "화학 기술 증착법을 이용한 롤투롤 기반의 대면적/고순도 그래핀 제조기술 개발 및 응용, 성균관 대학교 대학원, 기계 설계학과, 2012.10, 김형근"에는 고순도 그래핀을 제작하는 방법에 대해서 제안하고 있지만, 그래핀 고유의 피크라고 할 수 있는 2D 피크에 대한 제어가 제대로 이루어지지 않아 투광성이 우수한 그래핀을 제작하기는 어려운 문제가 있다.

[0009] 이에, 본 발명자들은 기존 발명의 경우 대면적의 그래핀을 제작하는 데는 유용할 수 있지만 빛의 투과도가 우수한 그래핀을 제작하는 데에는 유용한 수단이 될 수 없다는 것을 확인하여 그래핀 제작 방법에 열플라즈마 발생 가스로서 아르곤과 함께 수소를 주입하여 플라즈마의 양단에 걸리는 전압이 증가시켜 고순도 그래핀을 제조될 수 있음을 확인함으로써 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 본 발명의 목적은 열플라즈마를 이용한 그래핀 제조방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0011] 본 발명은
- [0012] 1) 탄소계 반응가스와 수소가스를 반응기에 투입하는 단계;
- [0013] 2) 상기 반응기에 발생가스로서 아르곤과 함께 수소를 주입하여 열플라즈마를 발생시키는 단계를 포함하는 열플라즈마를 이용한 그래핀 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

- [0014] 본 발명은 그래핀 제작시 열플라즈마를 이용함으로써 그래핀 성장에 필요한 고온환경을 제공할 수 있고, 반응성을 높여 주었으며, 열플라즈마 발생가스로서 아르곤과 함께 수소를 주입하여 플라즈마의 양단에 걸리는 전압이 증가시켜 고순도 극소층 그래핀(Few layer graphene)을 합성함으로써 기존 방법에서 필요한 후처리공정 및 촉매로 사용되는 금속나노분말을 사용하지 않고 고품질의 그래핀을 제조하여 유용하게 이용할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0015] 도 1은 열플라즈마를 이용한 그래핀의 제조하기 위한 비이송식 아크 플라즈마 시스템의 전체적인 실험장치의 모식도이다.
- 도 2는 플라즈마 토치 노즐로 주입되는 수소가스의 경로의 모식도이다.
- 도 3은 플라즈마 토치 노즐과 흑연 기관의 거리에 따른 라만분광결과를 나타낸 그래프이다. (a)는 10 cm, (b)는 14 cm의 거리.
- 도 4는 수소가스의 표면처리에 따른 라만분광결과를 나타낸 그래프이다(경로 A). (a)는 1.0 L/min, (b)는 2.0 L/min, (c)는 3.0 L/min의 수소가스유량.
- 도 5는 수소가스의 표면처리 및 플라즈마 전압 증가에 따른 라만분광결과 (532nm/3mW, NRS-3100, 532nm wavelength, JASCO)를 나타낸 그래프이다(경로 B). (a)는 0.5 L/min, (b)는 1.0 L/min, (c)는 1.5 L/min의 수소가스유량.
- 도 6은 경로 B로 주입한 수소가스 유량에 따른 D 피크와 G 피크의 비를 나타낸 그래프이다.
- 도 7은 합성된 그래핀의 FE-TEM 분석결과를 나타낸 그림이다. (a)와 (b)에서 그래핀의 층수를 확인하였고, (c)와 (d)에서 그래핀 특유의 손수건 무늬를 확인하였다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0016] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.
- [0017] 본 발명은
- [0018] 1) 탄소계 반응가스와 수소가스를 반응기에 투입하는 단계;
- [0019] 2) 상기 반응기에 발생가스로서 아르곤과 함께 수소를 주입하여 열플라즈마를 발생시키는 단계를 포함하는 열플라즈마를 이용한 그래핀 제조방법을 제공한다.
- [0020] 단계 1)은 탄소계 반응가스와 수소가스를 반응기에 투입하는 단계이다.
- [0021] 상기 탄소계 반응가스는 메탄(CH_4), 에탄(C_2H_6), 에텐(C_2H_4) 및 에타인(C_2H_2)으로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상인 것이 바람직하나 이에 한정하지 않는다.
- [0022] 상기 탄소계 가스는 그래핀을 생성하기 위하여 탄소원으로 사용되며 그래핀의 품질을 향상시키기 위하여 수소가스 투입하였다.
- [0023] 단계 2)는 반응기에 발생가스로서 아르곤과 함께 수소를 주입하여 열플라즈마를 발생시키는 단계이다.
- [0024] 상기 열플라즈마(thermal plasma)는 직류 아크나 고주파 유도결합 방전을 이용하는 플라즈마 토치에서 발생시킨

전자, 이온, 원자와 분자로 구성된 이온화 기체로, 수천에서 수만 K에 이르는 초고온과 높은 활성을 가진 고속 제트이다.

- [0025] 본 발명에서 열플라즈마 제트는 직류 플라즈마 장치에 의해 발생되며, 상기 플라즈마 장치에서는 열플라즈마 발생 기체로 아르곤가스, 공기, 수소 가스 또는 이의 혼합가스를 사용할 수 있으며 바람직하게는 아르곤과 수소의 혼합가스를 사용한다.
- [0026] 상기의 열플라즈마 발생 기체에 있어서, 아르곤은 8족 원소이기 때문에 비교적 적은 에너지에 의해서도 전자의 방출이 용이하며 비활성 기체로 화학반응에 거의 영향이 없으므로 열플라즈마의 발생에 보편적으로 사용된다. 이러한 아르곤가스에 수소를 혼합시켜주면 그래핀의 표면처리 및 플라즈마의 전압을 증가시켜주는 효과를 가지고 있어 그래핀의 품질 향상에 도움이 된다.
- [0027] 본 발명에 있어서, 상기 수소가스의 유량은 0.5 내지 3.0 L/min인 것이 바람직하고 0.5 내지 1.5 L/min인 것이 보다 바람직하나 이에 한정하지 않는다.
- [0028] 상기 탄소계 반응가스와 수소가스를 반응기에 투입하는 단계에 있어서, 수소가스의 유량이 0.5 L/min 이하일 경우 수소가스의 효과가 너무 미미하며, 수소가스의 유량이 3.0 L/min 이상일 경우 고품질 그래핀이 형성되기 위한 일반적인 탄소와 수소 비율에 비해 수소가스가 과량으로 주입되기 때문에 경제적인 효율이 감소한다. 또한, 반응기에 발생가스로서 아르곤과 함께 수소를 주입하여 열플라즈마를 발생하는 단계에 있어서, 수소가스의 유량이 1.5 L/min 이상일 경우 플라즈마 전압이 크게 증가함에 따라 사용하는 플라즈마 토치의 전극에 심각한 손상을 주게 된다.
- [0029] 상기 기관에 있어서, 흑연기관, 실리콘기관, 전이금속기관, 및 복합재료기관으로 이루어진 군으로부터 선택된 1 종인 것이 바람직하나 이에 한정하지 않는다.
- [0030] 본 발명의 열플라즈마를 이용한 그래핀의 제조방법의 실험장치의 모식도(도 1 참조) 및 플라즈마 토치 내부로 주입되는 수소가스 경로의 모식도(도 2 참조)를 나타내었고 구체적으로 다음과 같다.
- [0031] 플라즈마 토치의 음극과 양극 노즐 사이에 아르곤가스 15 L/min를 플라즈마 발생가스로 흘려주며 방전을 시켰다. 그래핀의 성장온도조건을 조절하기 위해서 플라즈마 토치 노즐과 흑연 기관의 거리를 14 cm로 조절하였다. 추가적인 수소가스를 플라즈마 토치 내부로 두 가지 방법(경로A 및 경로B)으로 주입하였다. 경로 A로 메탄가스 1.0 L/min와 함께 수소가스 1.0 ~ 3.0 L/min를 혼합해서 주입하여 수소가스의 표면 처리에 따른 그래핀의 품질 향상 효과를 확인하였고, 경로 B로 플라즈마 생성가sein 아르곤가스와 수소가스 0.5 ~ 1.5 L/min를 혼합해서 주입하여 플라즈마 전압이 21.0 V에서 34.8 V까지 증가하였으며 플라즈마 전류는 300 A, 상압에서 실험을 수행하였다. 모든 가스의 유량은 MFC(Mass Flow Controller, MKP, MPR-3000)로 조절하였다. 이에 따라 생성된 그래핀의 품질을 라만분광기(RFC-100/S, 1064nm wavelength, 100mW laser power, Brukers), (NRS-3100, 532nm wavelength, 3mW laser power, JASCO)와 투과전자현미경((JEM-2100F, JEOL)를 이용하여 향상 효과를 확인하였다.
- [0032] 흑연 기관과 플라즈마 토치 노즐 사이의 거리를 조절함으로써 온도를 조절하여 라만분광결과(RFC-100/S, Brukers)를 확인한 결과, 플라즈마 토치 노즐과 흑연 기관 사이의 거리는 14 cm 거리일 때 그래핀 생성하는 적합한 온도인 것을 확인하였다(도 3 참조).
- [0033] 메탄가스와 함께 수소가스를 주입하여 생성되는 그래핀을 분석하기 위하여 수소가스를 반응관 노즐(경로 A)로 메탄가스와 함께 주입시켜 라만분광결과(RFC-100/S, Brukers)를 확인한 결과, 수소가스의 유량이 증가할수록 2D 피크가 더 커지고 뾰족해졌으며, 2850/cm부근의 C-H 피크도 수소를 주입함에 따라 감소하였고, D 피크도 크게 나타내므로 얇고 뾰족한 2D 피크를 통하여 그래핀의 층수가 더 낮고, 큰 D 피크로 그래핀의 결함(Defect)이 커서 저품질의 그래핀이 합성되었음을 확인하였다(도 4 참조).
- [0034] 아르곤가스와 함께 수소가스를 주입하여 생성되는 그래핀을 분석하기 위하여 수소가스를 반응관 노즐(경로 B)로 아르곤가스와 함께 주입시켜 라만분광결과(RFC-100/S, Brukers)를 관찰한 결과, 수소가스의 유량이 증가할수록, D 피크가 급격하게 감소하여 더 좋은 품질의 그래핀이 합성된다는 것을 확인하였다(도 5 및 도 6 참조).
- [0035] 고품질 그래핀을 분석하기 위하여 투과전자현미경(transmission electron microscope, TEM)을 사용하여 분석한 결과, 그래핀 특유의 손수건 무늬를 확인하였고 그래핀 층수가 10 이하이므로 극소층 그래핀(Few Layer Graphene)이 생성된 것을 확인하였다(도 7 참조)

[0036] 이하, 실시예 및 실험예를 통하여 본 발명을 상세하게 설명한다. 단, 하기 실시예 및 실험예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐 본 발명의 내용이 하기 실시예 및 실험예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0037] <실시예> 열플라즈마를 이용한 그래핀의 제조

[0038] 기상의 메탄가스(CH_4)의 탄소를 열플라즈마를 이용하여 분해하여 고품질 그래핀을 합성하였다.

[0039] 구체적으로, 실험 장치는 플라즈마 토치, 반응기, 전원장치, 스크리버로 구성되어있다. 플라즈마 토치와 반응기, 챔버는 냉각수에 의해 냉각되는 장치를 나타내었다(도 1). 플라즈마 방전가스로는 15 L/min의 아르곤 가스를 사용하였다. 플라즈마 토치의 음극과 양극 노즐 사이에 아르곤가스를 플라즈마 발생가스로 흘려주며 방전을 시켰다. 그래핀의 성장온도조건을 조절하기 위해서 플라즈마 토치 노즐과 흑연 기판의 거리를 조절하였다. 거리는 10 및 14cm로 조절하였다. 추가적인 수소가스는 두 가지 방법(경로A 및 경로B)으로 주입이 되었는데, 경로 A로 메탄가스와 함께 수소가스를 혼합해서 주입하여 수소가스의 표면 처리에 따른 그래핀의 품질 향상 효과를 확인하였고, 경로 B로 플라즈마 생성가스인 아르곤가스와 혼합해서 주입하여 플라즈마 전압의 증가에 따른 그래핀의 품질 향상 효과를 확인하였다.

[0040] 또한, 플라즈마 토치 내부로 수소가스를 주입하였다(도 2). 경로 A로 주입되는 수소가스는 1 ~ 3 L/min으로 조절하였으며, 경로 B로 주입되는 수소가스는 0.5 ~ 1.5 L/min으로 조절을 하였다. 전압변화는 21.0 V에서 34.8 V까지 변화하였다. 플라즈마영역에 주입되는 메탄가스의 유량은 1 L/min으로 고정을 하였고, 플라즈마 전류는 300 A, 상압에서 실험을 수행하였다. 모든 가스의 유량은 MFC(Mass Flow Controller, MKP, MPR-3000)로 조절하였다. 생성된 그래핀은 두 종류의 라만분광기(RFC-100/S, 1064nm wavelength, 100mW laser power, Brukers), (NRS-3100, 532nm wavelength, 3mW laser power, JASCO)와 투과전자현미경((JEM-2100F, JEOL)를 이용하여 그 품질과 특성을 확인하였다.

[0041] <실험예 1> 플라즈마 토치 노즐과 흑연 기판의 거리에 따른 효과 분석

[0042] 흑연 기판과 플라즈마 토치 노즐 사이의 거리를 조절함으로써 온도를 조절하여 라만분광결과(RFC-100/S, Brukers)를 확인하였다.

[0043] 구체적으로, 일반적인 그래핀의 성장온도는 850 ~ 1200℃로 알려져 있으나 본 실험에서 사용된 플라즈마의 온도는 수 천도에서 수 만도에 달하기 때문에 일반적인 열전대로는 측정이 불가능하다. 따라서, 흑연 기판과 플라즈마 토치 노즐 사이의 거리를 조절함으로써 온도를 조절하여 라만분광결과(RFC-100/S, Brukers)를 확인하였다. 그래핀에서는 일반적으로 3개의 피크가 존재한다. 1340/cm에서 관찰되는 D 피크는 그래핀의 결함(Defect)을 나타내고, 1580/cm에서 관찰되는 G 피크는 흑연(Graphite)류 물질에서 관찰되는 피크이며, 2700/cm에서 관찰되는 2D 피크는 그래핀의 층 수를 확인시켜주는 피크이다.

[0044] 그 결과, 흑연 기판과 플라즈마 토치 노즐 사이의 거리가 10 cm인 (a)의 경우, 2500 ~ 3200/cm에서 다량의 숏(Soot) 피크가 관찰되었고, 흑연 기판과 플라즈마 토치 노즐 사이의 거리가 14 cm인 (b)에서는 숏 피크가 앞선 (a)보다 훨씬 적게 관찰되었으며 3개의 공통된 피크(G, D, 2D)가 관찰이 되어 플라즈마 토치 노즐과 흑연 기판 사이의 거리는 14 cm 거리일 때 그래핀 생성하는 적합한 온도인 것을 확인하였다(도 3).

[0045] <실험예 2> 메탄가스와 함께 수소가스를 주입하여 생성되는 그래핀 분석(경로 A)

[0046] 메탄가스와 함께 수소가스를 주입하여 생성되는 그래핀을 분석하기 위하여 수소가스를 반응관 노즐(경로 A)로 메탄가스와 함께 주입시켜 라만분광결과(RFC-100/S, Brukers)를 관찰하였다.

[0047] 구체적으로, 상기 <실험예 1>에서 확인한 그래핀을 생성 적합 온도인 흑연 기판과 플라즈마 토치 노즐 사이의 거리를 14 cm로 고정하고 수소가스를 반응관 노즐(경로 A)로 메탄가스와 함께 주입시켜 플라즈마 전압에는 영향을 주지 않고, 오직 표면 처리 효과만을 관찰하였다.

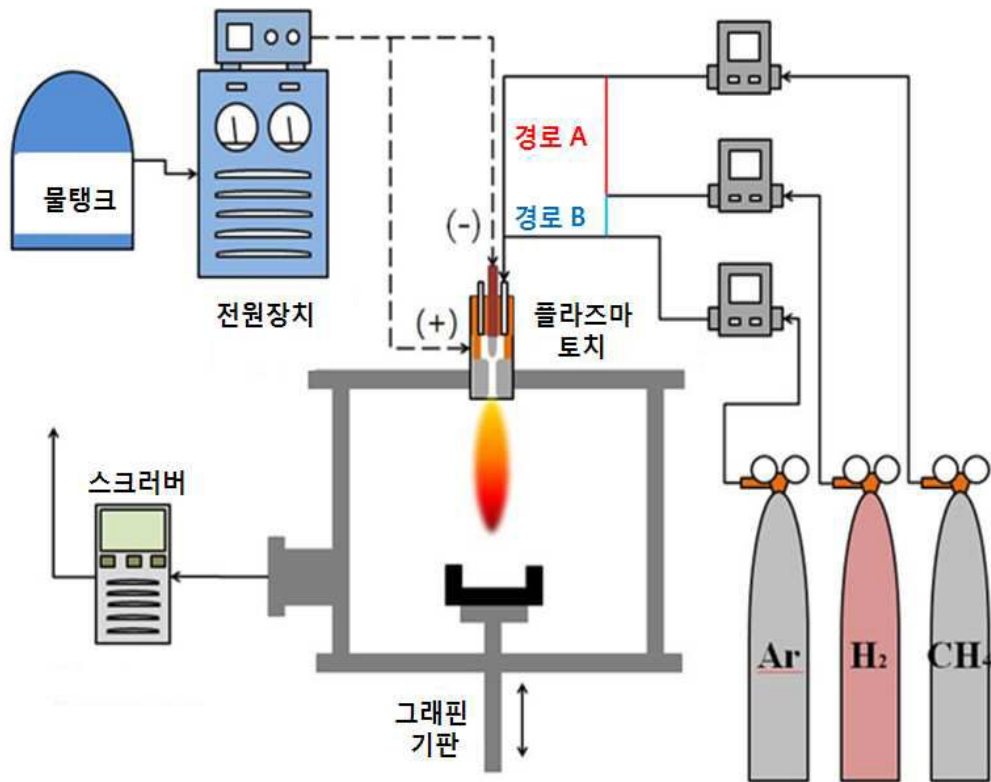
[0048] 그 결과, 수소가스의 유량에 따른 그래핀의 라만분광결과(RFC-100/S, Brukers) 숏 피크가 사라졌고, 수소가스의 유량이 증가할수록 2D 피크가 더 커지고 뾰족해졌으며, 2850/cm부근의 C-H 피크도 수소를 주입함에 따라 감소하

였고, D 피크도 크게 나타나는 것을 확인하였다(도 4).

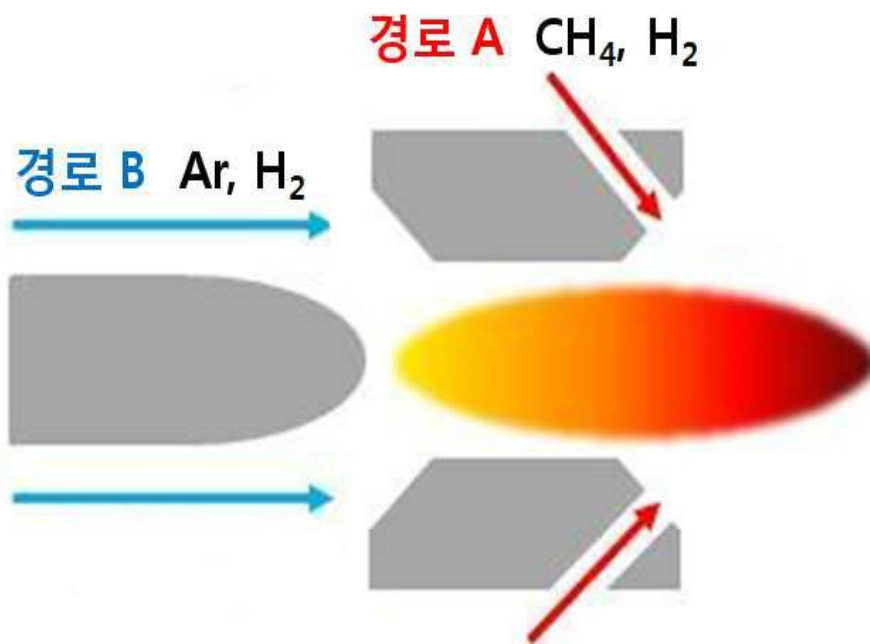
- [0049] 상기 결과를 통하여, 얇고 뽀족한 2D 피크를 통하여 그래핀의 층수가 더 낮고, 큰 D 피크로 그래핀의 결함(Defect)이 커서 저품질의 그래핀이 합성되었음을 확인할 수 있었다.
- [0050] <실험예 3> 아르곤가스와 함께 수소가스를 주입하여 생성되는 그래핀 분석(경로 B)
- [0051] 아르곤가스와 함께 수소가스를 주입하여 생성되는 그래핀을 분석하기 위하여 수소가스를 반응관 노즐(경로 B)로 아르곤가스와 함께 주입시켜 라만분광결과(RFC-100/S, Brukers)를 관찰하였다.
- [0052] 구체적으로, 상기 <실험예 2>에서 크게 나타난 D 피크를 줄이기 위하여 수소가스를 유량을 0.5 ~ 1.5 L/min 반응관 노즐(경로 B)로 아르곤가스와 함께 주입시켰더니 플라즈마 전압이 21.0 V ~ 34.8 V로 증가하였다.
- [0053] 그 결과, 수소가스의 표면 처리 및 플라즈마 전압 증가에 따른 라만분광결과이다. (532nm/3mW, NRS-3100, JASCO) 수소가스의 유량이 증가할수록, D 피크가 급격하게 감소하는 것을 확인하였다(도 5).
- [0054] 또한, 수소가스의 유량이 증가할수록 D 피크가 많이 감소하여 수소가스를 추가로 주입하였을 때 더 좋은 품질의 그래핀이 합성된다는 것을 확인하였다(도 6).
- [0055] <실험예 4> 고품질 그래핀의 분석
- [0056] 고품질 그래핀을 분석하기 위하여 투과전자현미경(transmission electron microscope, TEM)을 사용하여 분석하였다.
- [0057] 구체적으로, 상기 <실험예 3>에서 수소가스를 유량 1.5L/min로 반응관 노즐(경로 B)로 아르곤가스와 함께 주입하여 생성된 그래핀을 FE-TEM(JEM-2100F, JEOL)을 이용해 합성된 그래핀을 분석하였다.
- [0058] 그 결과, (a)와 (b)에서 그래핀의 층수가 약 7 ~ 8층이라는 것을 시각적으로 확인하였고, (c)와 (d)에서는 그래핀 특유의 손수건 무늬를 확인하였다.
- [0059] 상기 결과를 통하여, 그래핀 층수가 10 이하이므로 극소층 그래핀(Few Layer Graphene)이 생성된 것을 확인하였다(도 7).

도면

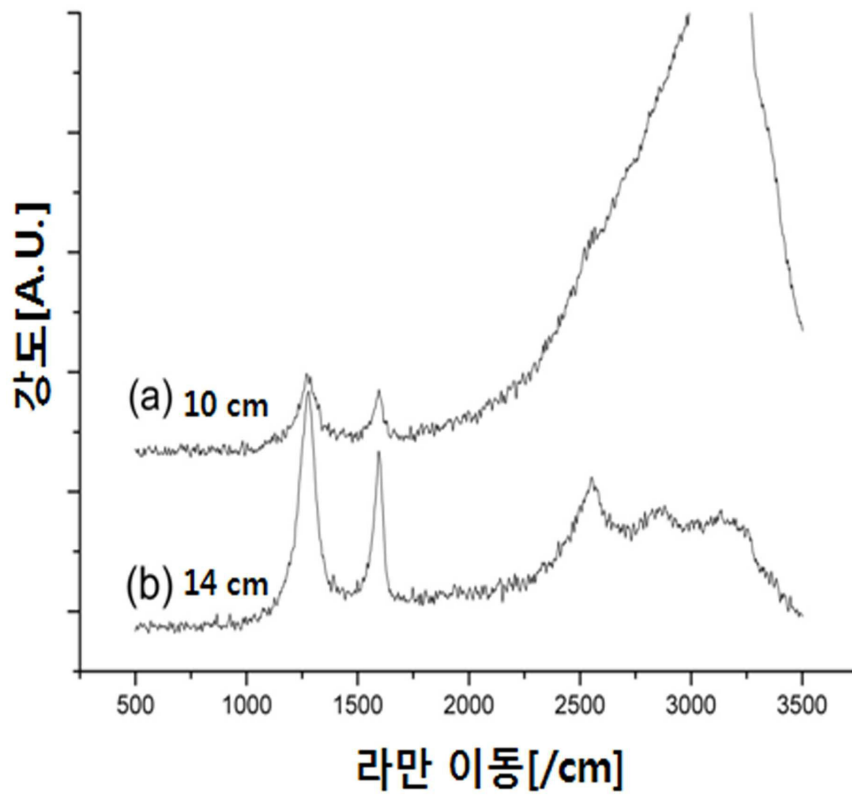
도면1



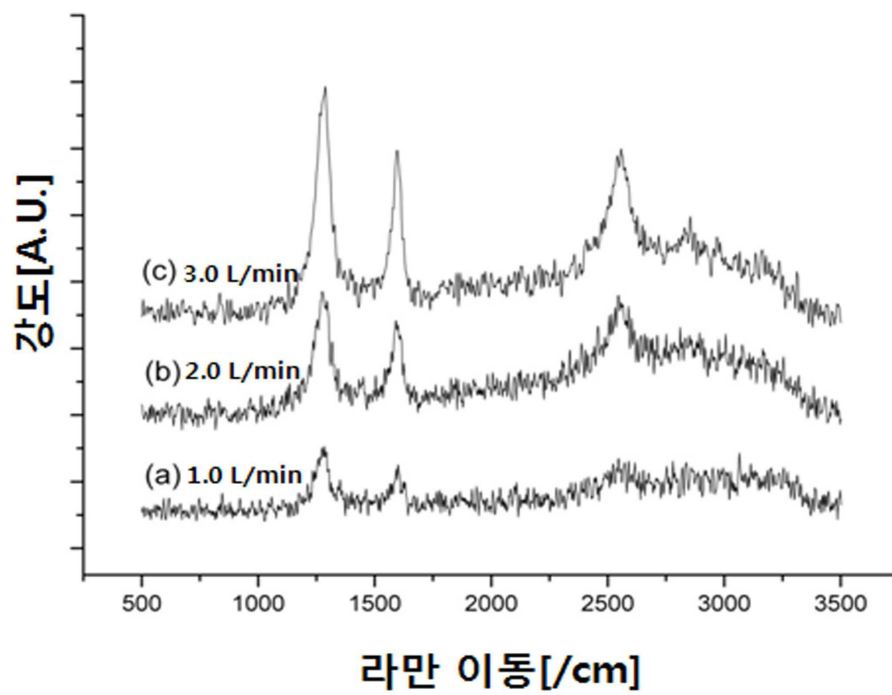
도면2



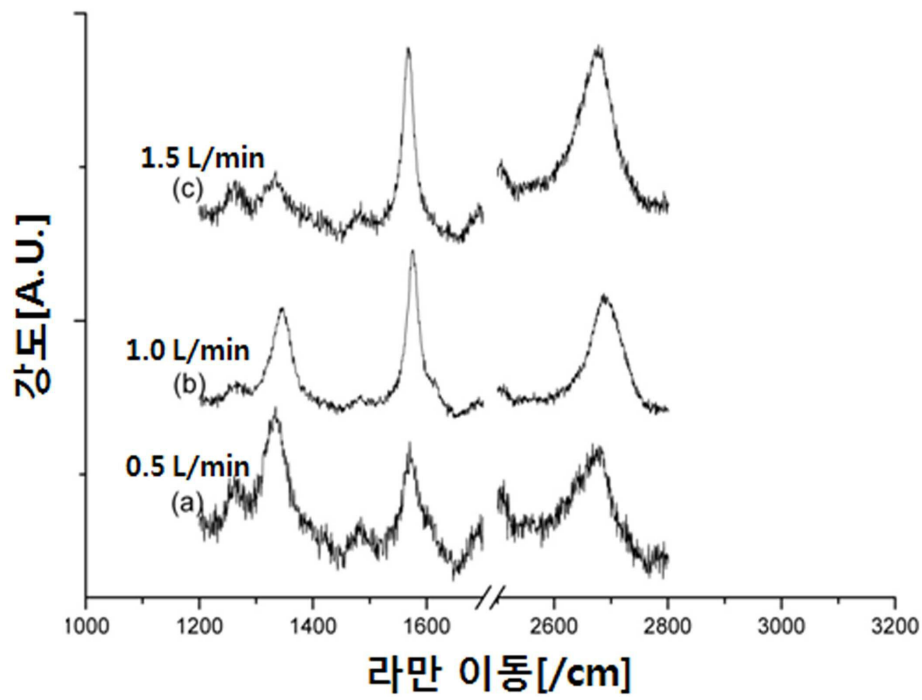
도면3



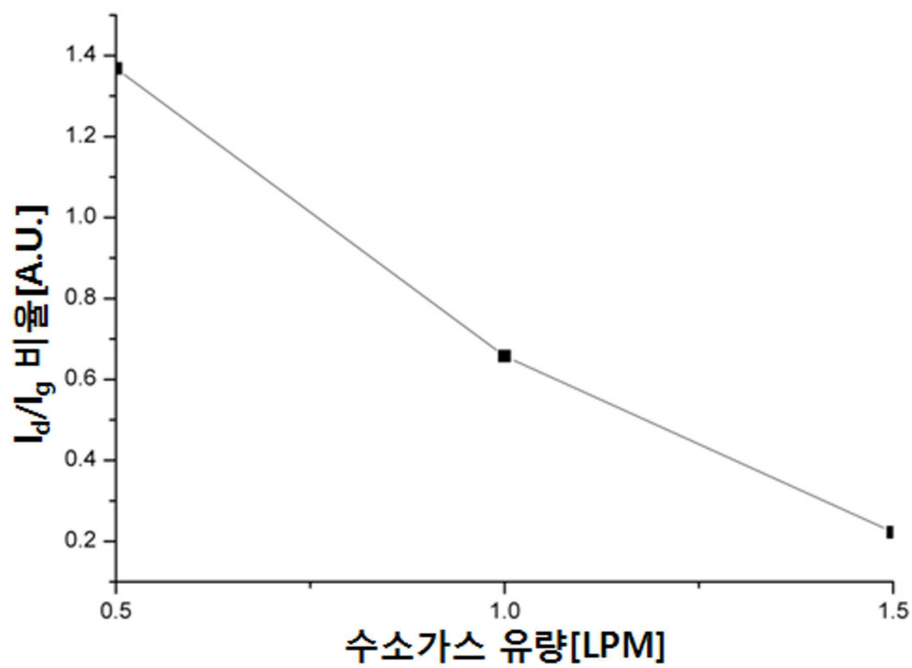
도면4



도면5



도면6



도면7

