

PEMOCVD를 이용한 YSZ 제조에 관한 연구 (Study on YSZ thin films fabricated by PEMOCVD)

김기동, 신동근, 조영아, 전진석, 최동수, 박종진*
한국가스공사 연구개발원, *한양대학교 금속재료공학과

1. 서론

YSZ(yttria stabilized zirconia)는 매우 우수한 산소이온 전도체로 열적, 화학적으로 안정한 절연체이다. YSZ의 이온전도 성질을 이용하여 고체전해질형 가스센서, 고체산화물형 연료전의 전해질, 산소펌프, 전기화학 반응기등에 널리 이용되고 있다. 여러 가지 YSZ형태중에서 박막형 YSZ를 만드려는 많은 시도- sputtering, sol-gel, EVD/CVD, thermal CVD-가 있었다. 특히 여러 가지 박막제조 기술중 CVD는 막질이 좋으면서 step coverage가 뛰어난 장점을 가진다. 본 연구에서는 저온 지르코니아 증착을 위해 PEMOCVD를 이용하여 박막을 제조하였고 그 때의 증착변수에 대한 영향과 막의 물리적 특성을 고찰하였다.

2. 실험

PEMOCVD용 수직, hot wall반응기를 이용하여 silicon wafer위에 YSZ를 증착하였다. 전구체로는 $Zr[TMHD]_4$ 와 $Y[TMHD]_3$ 를 선정하였으며, 전구체의 공급은 운반기체를 이용하여 산화제인 고순도(99.9%)산소와 예혼합후 반응기에 하여 플라즈마상태에서 증착이 이루어지게 하였다. 플라즈마는 13.56MHz의 RF generator를 이용하여 최대출력 200W 발생시켰으며, 기판의 증착온도는 실온부터 600°C까지, 반응압력은 base압력 10^{-3} torr/증착압력 0.1~1torr이었다. 박막의 결정구조를 알기 위해 XRD분석을 하였으며, SEM을 이용하여 막질의 상태를 알아보았고 두께 측정은 α -step을 이용하였다.

3. 결과 및 토론

PECVD로 증착한 박막의 결정을 XRD로 분석한 결과 막은 (200) 배향성을 가지는 입방정계이었다. PECVD의 가장 커다란 증착 인자중의 하나인 RF power변화에 따른 막의 영향에서 RF power가 클수록 막의 결정성이 증가하였다. XRD peaks intensity증가는 YSZ결정입자의 양이 증가하는 것으로 플라즈마로 인해 기상의 전구체들이 활성화되어 기판 표면위에 존재하는 YSZ입자의 핵 생성 및 성장속도가 증가한 결과를 보여준다. YSZ박막의 두께는 RF power가 30W까지는 영향이 없었으나 30W이상에서는 출력상승에 따라 선형적으로 두께가 증가하였다. YSZ에서 yttria의 농도는 yttria bubbler쪽의 온도와 운송기체의 유량에 많은 영향을 받았다. Yttria bubbler의 온도와 유량이 높아질수록 YSZ내의 Y atomic %양의 증가가 관찰되었고, 최적의 Y bubbler조건을 정하였다. SEM/AFM을 이용한 표면과 막의 단면을 살펴보면 YSZ박막은 island/columnar모양으로 성장함을 알 수 있었고, 제조된 막은 구조가 치밀하였다. 관찰된 결정입의 크기는 1,000~2,000Å이었다.