

LPMOCVD법으로 증착된 TiO₂ 박막의 결정화 특성
Crystallization characteristics of TiO₂ thin film
deposited by LPMOCVD

이하윤, 고경현, 안재환, 박정훈*, 윤혁준*, 홍국선*
 아주대학교 재료공학과, *서울대학교 재료공학부

1. 서론

산화티타늄 박막의 결정상, 배향성, 광화학적 특성이 막의 제조 방법에 따라 변화한다. 이에, 본 연구에서는 LPMOCVD(Low Pressure MOCVD)를 이용한 증착 공정 변수 즉, 열처리 조건, 기판의 온도 등이 산화티타늄 박막의 결정화 및 배향성에 미치는 영향에 대해서 연구, 고찰하고 이를 광화학적 특성 개발에 적용하는 기초적 data를 마련하였다.

2. 실험 방법

원료 물질로는 TTIP(Ti(OC₃H₇)₄)를 사용하였고 carrier gas는 N₂를 이용하였으며, 기판으로는 Si(100), glass를 이용하여 증착하였다. 증착 조건으로는 TTIP의 농도 조절, 증착 두께(0.5~1.5 μm), 증착 온도(400~600℃)를 조절하였다. 열처리는 500~800℃ 범위 공기중에서 실시하였다. TTIP의 농도를 조절하기 위한 조건으로 bubbler 온도와 flow rate를 변화시켜 실험을 행하였다. 분석 방법으로는 XRD, SEM, α-step을 이용해 조건에 따라 증착된 시편을 분석하였다.

3. 실험 결과

증착 온도가 400℃인 경우, 두께가 두꺼워질 수록 anatase (200)면의 우선적인 배향성이 나타났다. 또한, 후열처리 시에도 rutile의 배향성이 증착 온도에 따라서 다르게 나타남을 알 수 있었다. 500℃에서 증착 속도가 가장 빨랐으며, 이 시편을 SEM으로 관찰한 결과, 다른 증착 온도보다 더 porous한 film임을 확인할 수 있었다. bubbler 온도와 flow rate를 변화시켜 증착 속도를 빠르게 했을 때에도 역시 동일한 결과를 얻을 수 있었다.

as-deposited film은 전부 anatase였으나 열처리 후 모두 rutile이 되었다. 그러나, 500℃에서 증착된 porous한 film을 열처리하였을 경우에 다른 증착 온도에서 증착된 치밀한 film보다 더 낮은 온도에서 rutile로의 상전이가 일어났다. 이 이유는, film이 porous하기 때문에, 낮은 온도에서도 내부 확산성이 커지므로 rutile로의 상전이가 쉬웠던 것으로 사료된다. rutile이 pre-deposit된 시편 위에 증착한 결과, anatase로 증착이 되었다.

sputtering의 경우, 기판의 종류가 as-deposition 결정상에 영향을 주는 것에 비하여 CVD와 같은 고온 증착의 경우는 기판이 영향을 주지 않는 것으로 추정할 수 있다.