

MOD법과 공침법에 의한 ITO 분말의 제조 및 특성
(Preparation and Characterization of ITO powder by Metal Organic
Deposition and Coprecipitation Method)

양법석, 최용각, 이종현*, 원창환

충남대학교 금속공학과

* 충남대학교 금속공공 신소재 연구소

1. 서론

Indium Tin Oxide(ITO, $In_2O_3-SnO_2$)는 광투광성 도전박막으로 가시광선에서의 투광성이 높으며 전기전도도 또한 높아 액정 표시소자(LCD), 태양전지, 광메모리, ECD(Electro Chromic Devices)등 전기 광학 재료의 전극 및 열 반사거울(heat reflector), 정전기 방지용 박막으로도 사용되고 있다. ITO는 난소결 물질로 타겟용으로 응용하기 위해서는 입자를 나노미터 크기로 제조해야 고밀도의 소성체를 얻을 수 있다. 따라서 국내외적으로 습식법에 의하여 수십나노미터 크기의 고순도 분말을 재현성 있게 제조하려는 연구가 활발하게 진행되고 있다. 그러나 대부분의 습식법이 대량생산시에 조성의 불균일 및 생산능력에 한계가 있어 산업화가 어렵고 제품의 단가가 높아지는 단점이 있었다. 본 연구에서는 이러한 문제점을 해결하기 위한 방법의 일환으로 MOD(Metal Organic Deposition)법과 공침법에 의한 ITO 분말의 제조 조건을 확립하고 그 특성을 비교하는데 목적을 두고 있다.

2. 실험방법

본 실험에 사용된 출발원료는 공침법의 경우 $In(OH)_3$, $SnCl_2 \cdot 5H_2O$ 이며, pH 조절제로는 KOH, NaOH, NH_4OH 등이 사용되었다. 그리고 MOD법에 의한 분말제조는 $In(III)$ -acetate hydrate와 tetrabutyltin을 출발원료로 사용하였고 공통용매인 2-ethylhexanoic acid에 용해하여 성분을 조절하였으며, 열처리를 거쳐 분말을 제조하였다. 각 실험은 2ℓ 용량의 3구 플라스크 반응조에서 행하였다. 각 실험은 반응온도, 반응유지시간 및 교반속도 등을 변화시켜가면서 실험하였으며, 공침법의 경우 추가로 pH 조절제를 변화시켜가며 실험하였다. 최종생성된 분말은 XRD를 이용하여 결정구조를 분석하였으며, FEM을 이용하여 입자크기 및 형상, 분산성 등을 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

본 연구를 통하여 얻어진 각 분말의 제조 및 특성평가 결과는 다음과 같다.

- 1) MOD법에 의해 제조된 ITO 분말은 XRD 분석결과 200℃에서는 비정질이었으나, 비교적 저온인 300℃ 이상으로 열처리했을 경우 결정성을 보이기 시작하고 열처리 온도를 높일수록 intensity가 증가하였다.
- 2) 공침후 하소(500℃, 1hr)에 의한 분말의 제조시 반응온도가 100℃인 경우에는 반응시간이 증가할수록 더욱 미세한 입자사이즈(20~40nm)의 구형분말이 얻어졌고, 150℃인 경우에는 반응시간에 관계없이 모두 동일한 입자크기(약 20nm)의 분말이 얻어졌다.
- 3) 공침법에 의해 제조된 ITO분말의 pH 조절제에 따른 경향은 XRD 분석 결과 KOH를 pH 조절제로 사용하여 pH를 13으로 맞춘 경우 intensity가 가장 좋게 나타났다.