

열처리 온도에 따른 ITO분말과 박막의 특성

Calcination effects of ITO powders and Thin Films

안진수, 고승국, 한성홍
울산대학교 수학과 물리기술학부
anjinsoo66@hotmail.com

ITO는 인듐 산화물에 주석 산화물이 첨가된 물질로써 높은 전기전도도와 가시광 영역에서 높은 투과율 특성을 지니고 있어 평면 표시 소자의 전극 재료로 널리 사용되고 있다. 또한 전자파 차폐특성이 우수하여 의료용 기기나 대형 모니터의 전자파 차폐 재료로 사용되는 등 응용분야가 넓으며 이는 대부분 박막의 형태로 사용된다. 박막의 형성방법은 스퍼터링, 전자충증착, 졸-겔 등 다양한 방법이 이용되고 있다. 본 연구에서는 먼저 공침법으로 ITO 분말을 제조하여 ITO 분말의 특성을 조사하였고, 저가의 장치비용, 대면적 코팅 등의 장점을 가진 졸-겔법을 이용해 박막을 제작하였다.⁽¹⁾

출발물질인 질산인듐($\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, 99.9%, Kanto Chemical)과 염화주석($\text{SnCl}_4 \cdot \text{XH}_2\text{O}$ 99.9%, High Purity Chemicals)을 에탄올(99.9%, Baker Analyzed)에 용해시킨 후, 암모니아수를 천천히 적하하여 콜로이드 입자를 생성시킨다. 생성된 입자를 에탄올, 3차 증류수를 사용하여 반복 세척하였다. Drying oven에서 70°C, 24시간 건조한 후 600°C로 1시간동안 소성하여 연두색의 ITO 분말을 제조하였다.⁽²⁾ 또한 박막을 제작하기 위해서 출발물질을 ethanol, acetylacetone, butanol, isopropanol을 혼합한 용매에 분산시켜 안정된 0.5M ITO 졸을 제조하였다. 박막의 점착력을 향상시키고 열처리 시 ITO의 오염을 막기 위해 SiO_2 가 코팅된 glass를 시편으로 사용하였다. Spin coater의 회전속도는 100~4000rpm, Dip coater의 인상속도는 50mm/min로 박막을 제작하였다. 코팅 후 열처리는 300~600°C의 범위에서 30분간 실시하였고 약 50nm의 두께의 박막을 제작할 수 있었다.

먼저 XRD를 사용하여 제작된 ITO 분말의 결정상태와 크기를 측정하고 ITO 박막을 제작할 때 열처리 조건에 따른 박막의 광학적, 전기적, 구조적 특성을 조사하였다. 전기적 전도성은 4-point-probe를 사용하여 측정하고 분광광도계를 사용하여 투과율을 측정하였다. 표면성분 분석으로 XPS를 사용하였다.

표 1은 ITO/ SiO_2 /glass 와 ITO/glass 박막의 특성을 비교한 것이다. SiO_2 가 코팅된 glass시편은 점착력을 높여 균일하고 전도성이 우수한 박막을 제작할 수 있었다. 또한 표면반사를 감소시켜 높은 투과율의 박막을 제작할 수 있었다. 그림 1은 제조된 ITO 분말의 XRD 패턴으로 cubic 구조의 ITO 결정이 나타나 있음을 알 수 있다. 그림 2는 Scherrer식을 사용하여 제조한 분말의 결정크기 분포를 나타내고, 결정의 크기는 대략 30~40nm 정도였다. 그림 3은 XPS를 이용해 wide scan한 것이다. In3d5 와 Sn3d의 peak를 sensitivity factor로 보정한 뒤 peak의 면적으로 비교한 결과 In에 대한 상대적인 Sn의 함량은 약 8 mole % 이었다. 그림 4는 열처리시간 변화에 따른 면저항을 측정함으로써 열처리시간이 증가함에 따라 전도도가 향상되었다.

표 1. 시험에 따른 ITO박막의 투과율과 전도도

박막형태	회전속도	열처리	투과율(%)	면저항(Ω/\square)
ITO/glass	3000rpm	500°C(30')	89.7	1.2×10^4
ITO/SiO ₂ /glass	3000rpm	500°C(30')	91.1	8.9×10^3

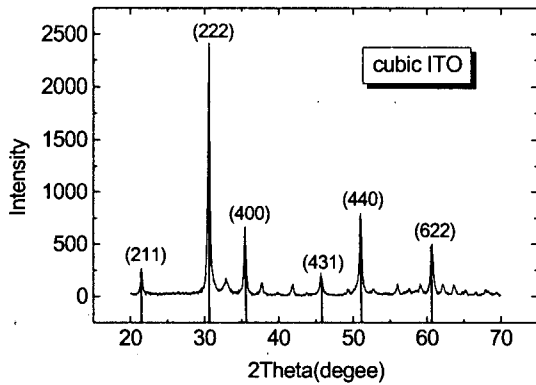


그림 1. 600°C에서 소성시킨 ITO분말의 XRD패턴

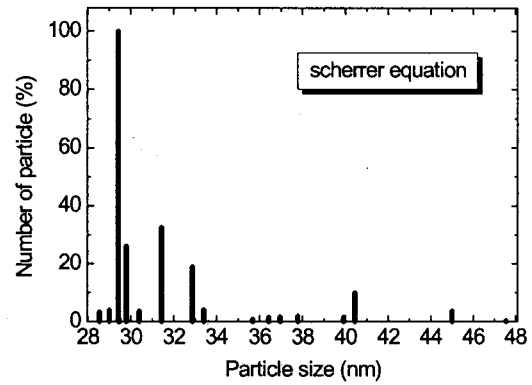


그림 2. ITO분말의 결정크기 분포

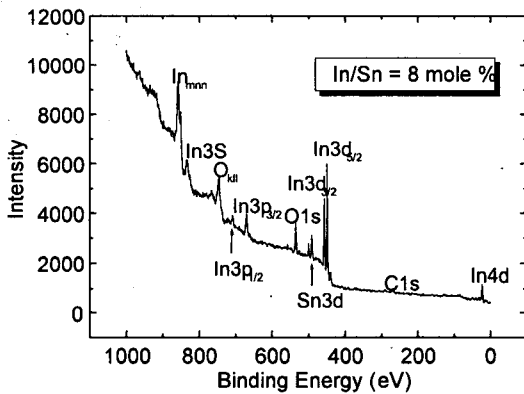


그림 3. 600°C에서 제작된 0.5M ITO 박막의 XPS

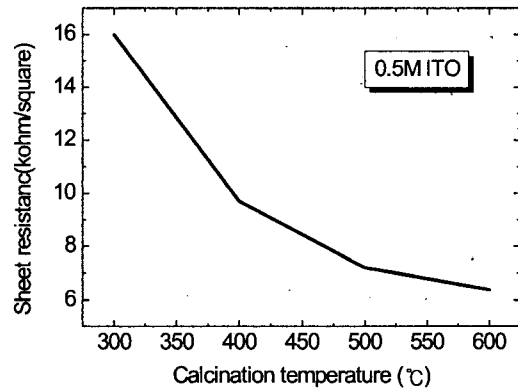


그림 4. 소성온도에 따른 면저항 변화

참고문헌

1. M.J. Alam, D.C.Cameron, "Optical and electrical of transparent conductive ITO thin films deposited by sol-gel process", Thin Solid Films 377-378, 455-459 (2000).
2. B.C.Kim, J.H.Lee, J.J.Kim and T.Ikegami, "Rapid rate sintering of nanocrystalline indium tin oxide ceramics: particle size effect", Materials Letters 52, 114-119 (2002).