

GaN 단결정 분말을 이용한 Ga₂O₃ 합성 및 구조 특성

방진현, 고정은, 소대영, 김영수, 김정돈
삼성 코닝 연구소

Ga₂O₃ synthesis using GaN mono-crystal powder and its structural properties

Jin-Hyun Pang, Jung-Eun Ko, Dae-Young So, Young-Soo Kim, Chong-Don Kim,
Samsung Corning R&D Center

Abstract : Ga₂O₃ is associated with the fabrication of thin window layer of solar cell. Usually, Ga₂O₃ is synthesized from Ga-metal oxidation method and GaN mono-crystal heat treatment method. We synthesized Ga₂O₃ powder using two methods and analyzed powder using latter method compared with powder by former method. XPS, XRD, IR analysis are conducted. XPS result, surface of GaN powder is almost oxidized to Ga₂O₃ at 1124°C heat treatment and XRD and IR result, the inside of GaN powder is dramatically oxidized at 1124°C~1300°C.

Key Words : GaN, Ga₂O₃, Heat treatment, Synthesis

1. 서 론

Ga₂O₃는 태양전지의 window layer의 연결부의 우수한 특성을 유지하는데 사용된다.[1] 대표적인 Ga₂O₃ 합성법에는 Ga-metal의 산화에 의한 방법과[2, 3, 4, 5] GaN 단결정의 열처리를 통한 방법이 있다. Ga-metal의 산화에 의한 방법은, 산에 용해시킨 Ga-metal을 교반을 실시하고, 여기에 염기를 가하여 얻은 침전물을 여과, 세척, 900°C 이상의 온도에서 열처리를 하여 Ga₂O₃를 얻는 방법이다.

GaN 단결정의 열처리를 통한 방법은 파우더 상태의 단결정을 열처리를 실시하여 Ga₂O₃를 얻는 방법이다.[6] 알려진 바에 의하면, 500°C 열처리시 표면에서의 산화반응이 거의 완료가 되고, 900°C 열처리시 내부에서의 산화반응이 거의 완료가 되는 것으로 알려져 있다.[6] 하지만, 열처리 시 온도 profile이 제시되지 않아, 실제 실험의 응용에는 문제가 있었다. 본 실험에서는 이러한 문제점을 해결하기 위하여 여러 온도 profile에서 GaN 단결정 파우더의 열처리를 실시하고, 이를 통해 얻어진 분말을 XRD, XPS, IR 분석을 통해 산화의 정도를 분석하였다. 분석의 대조군으로는 앞에서 언급한 Ga-metal의 산화에 의해서 얻어진 sample과 실험에 사용한 GaN 단결정 파우더를 사용하였다.

2. 실험

열처리는 참고문헌에서처럼 air 분위기에서 실시하였으며, 산화반응 속도를 빠르게 하기 위하여 판상으로 만들어진 시료 샘플을 곱게 갈아 powder 시료로 만들어 열처리를 실시하였다. 논문에서 알려진 산화 온도는 500°C~900°C지만, 서론에서 언급한 이유로 인하여 본 실험에 바로 적용하기에는 무리가 있다. 따라서 본 실험에서는 우선 열처리 온도조건을 결정하기 위하여 TG-DTA 분석을 통해 분석 샘플별 열처리 온도를 결정하였다.

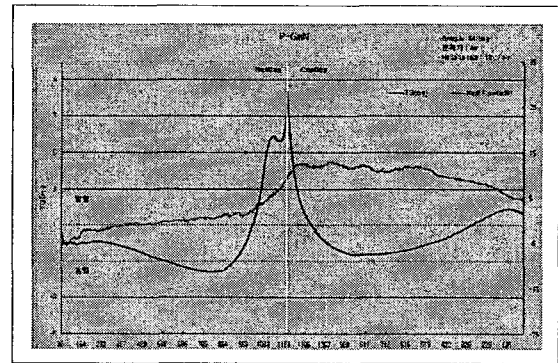


그림 1. TG-DTA 데이터

열처리 온도는 논문 제시 온도인 500°C, 흡열에서 발열로 변화하는 온도인 1033°C, 1차 변곡점으로 보이는 1124°C, 분석 범위 밖의 온도인 1300°C로 결정하였다. 열처리 시 승온 속도는 10°C/분으로 하였으며, 4개의 열처리 샘플마다 10분의 holding time을 유지하였고, 역반응을 방지하기 위하여 상온 급냉을 시켰다. 이렇게 만들어진 4개의 샘플에 대하여 XPS, XRD, IR 분석을 실시하였다.

3. 결과 및 검토

그림 2는 각각의 샘플에 대하여 XPS 분석을 실시한 결과이다. 분석 결과 열처리 온도가 증가함에 따라 Oxygen 비율은 증가하며, 1124°C와 1300°C에서는 비율이 거의 일치함을 알 수 있다. Nitrogen의 경우는 반대의 현상을 보인다. Ga-O 결합은 500°C에서는 검출이 안 되며, 1033°C에서는 Ga-N 결합과 공존하며, 1124°C 이상의 온도에서는 Ga-O 결합만 존재한다. 이상의 결과를 바탕으로 1124°C 이상의 온도에서 수 nm 깊이의 표면 산화가 거의 완료된 것으로 보인다. 하지만 이것이 1124°C 이상의 온도에서 완전한 Ga-O결합으로 존재함을 의미하는 것은 아니다. 왜냐하면, Nitrogen peak가 계속 검출이 되기 때문이다

다. 이 현상은 활성화 상태의 분자 또는 흡착 분자에 의한 영향으로 판단된다.

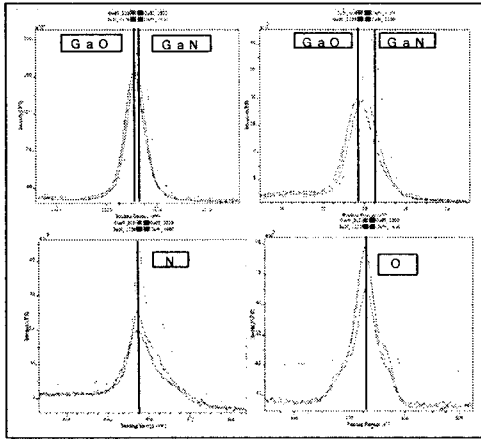


그림 2. XPS 데이터

그림 3은 각각의 샘플에 대해 XRD 분석을 실시한 결과이다. XPS 분석을 통해서 시료 표면에서의 반응의 정도를 파악할 수 있다면, XRD 분석을 통해서서는 시료 내부에서의 반응의 정도를 파악할 수 있다. 분석의 결과 500°C에서는 산화 반응이 거의 일어나지 않았으며, 1124°C~1300°C 사이의 온도 조건에서 산화가 급격히 발생한 것을 알 수 있다.

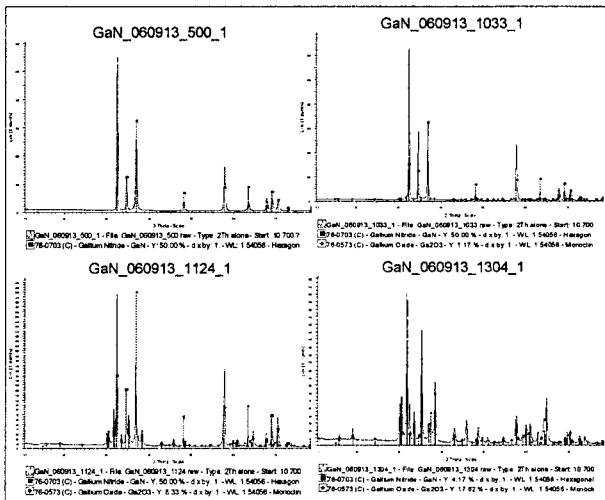


그림 3. XRD 데이터

그림 4는 Ga-metal 산화 반응에서 합성된 Ga₂O₃와 열처리에 시료로 사용한 GaN powder의 IR 데이터를 열처리된 샘플의 IR 데이터와 비교한 것이다. 분석 결과, 열처리 전의 GaN 샘플의 peak(600cm⁻¹)은 500, 1124°C 열처리 샘플에서 발견되며, Ga-metal 산화 법에 의한 Ga₂O₃ 샘플의 peak(500, 700cm⁻¹)은 1124, 1300°C에서 발견되었다. 이상의 IR 분석 결과는 앞의 XRD 데이터에서 제시한 것과 같은 결과를 의미한다. 즉, 1124°C~1300°C 사이의 온도 조건에서 산화가 급격히 발생한 것으로 판단된다.

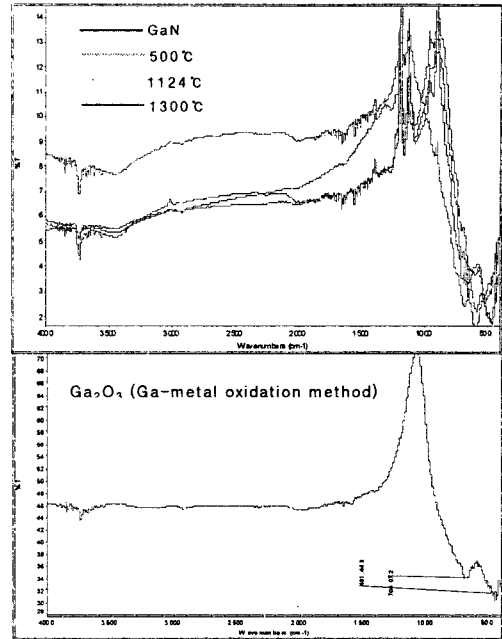


그림 4. IR 데이터

4. 결론

본 연구를 통해 GaN 단결정 파우더를 고온에서 산화시킬 때 온도별 산화 정도의 차이를 규명하였고, 이를 통해 산화를 위한 온도 profile 조건도 결정할 수 있었다.

XPS, XRD, IR 분석법을 통해 GaN 표면에서의 산화 반응은 1124°C에서 거의 완료가 되며, GaN 내부에서는 1124~1300°C 사이의 온도 범위에서 산화가 급격히 일어났다. 따라서 수 nm 수준의 얇은 산화막을 요할 때는 1124°C 부근에서 열처리를 실시하면 되며, 파우더 전체의 산화막을 요할 때는 1300°C 이상의 온도 조건에서 열처리를 실시하면 될 것으로 생각된다.

감사의 글

본 연구에 도움을 주신 모든 분께 감사의 인사를 서면으로 대신합니다.

참고 문헌

- [1] M. Terheggen et al., Thin Solid Films, Vol. 403-404, p. 212, 2002.
- [2] Patent : M. Hiromi, T. Michihiro, JP 1999-322335 and 1998-273318
- [3] Patent : B. Boudot, J. Grosbois, M. Pajot, US 4,351,821
- [4] M. Ristic, S. Popovid, S. Music, Mater. Lett 1277, 2005
- [5] W. S. Jung, B-K. Min, Mater. Lett 3058, 2004
- [6] H. D. Xiao et al., Materias Chemistry and Physics, 2006