

투명전자잉크 Ag(10%)의 소성조건에 따른 특성 연구

강민기, 윤대규

순천향대학교 공과대학 디스플레이 신소재공학과

Study on the characteristics of transparent electronic Ag (10%) ink by sintering conditions

Min-ki Kang, Dae-gyu Moon

Soonchunhyang Univ.

Abstract : In this paper, we have investigated the sintering of the organometallic silver electronic ink. We have changed the sintering temperature from 100 to 300°C in the various atmospheres. The sheet resistance was abruptly changed at the temperature range between 115 and 120°C, due to the f of the crystalline silver resulting from the dissociation of Ag complex, which phenomenon has been confirmed by X-ray diffraction. The grain sizes of Ag films were about 50nm and 70nm at the sintering temperatures of 115 and 150°C, respectively.

Key Words : Ag(10%) ink, critical temperatures, combination

1. 서 론

평판디스플레이산업의 비약적인 발전에 힘입어 LCD, PDP 등은 반도체산업의 시장규모를 추월하는 성장을 보이고 있으며 유기EL, 3D display 등도 차세대 디스플레이로서 기대를 모으고 있다. 특히 장비기술 중 최근 주목을 받고 있는 것이 기존의 복잡한 포토리소그라피 공정을 거치지 않고 직접 원하는 패턴을 만들 수 있는 프린팅 기술이다. 프린팅기술은 특히 유기EL분야에서 가장 경쟁력 있는 공정기술로 기대되고 있으며 LCD, PDP, FED 등의 응용에도 활발히 진행되고 있다.

전자회로기판에서 기존 Photolithography 공정의 문제점을 극복하는 대안으로 프린팅 공정 기술이 대두되고 있으며, 여기에 이용되는 소재가 ‘전자잉크’다. ‘전자잉크’는 또한 연료전지, 태양전지 등에서 전극설계 및 제작공정에 이용될 뿐만 아니라, 전세계 수천억 달러 시장으로 추정되고 있는 전자파 차폐, 향균 및 기존 나노실버 응용분야에도 쉽게 적용될 수 있다. 특히 잉크젯 뿐 아니라 옵셋, 그라비아, 플렉소, 스크린 프린팅 등의 인쇄 방식으로도 활용, 대량 생산도 가능하다.

첨단 전자소재산업에 적용, 원재료 및 제조비용을 획기적으로 줄일 수 있는 ‘전자잉크’는 낮은 제조 단가, 저온 소성(燒成), 높은 안정성, 도막 두께 유연성 갖춘 신물질로 다양한 제품에 활용 가능하다. 이는 잉크 및 기판의 저가화, 맞춤형 대량생산이 가능, RFID 태그 저가화에 크게 기여할 것이다.[2]

이에 본 연구에서는 투명전자잉크 Ag(10%)를 이용해 소성온도와 시간, 분위기에 따른 저항특성 및 표면특성을 관찰, 이를 통해 재현성과 신뢰성 있는 조건을 찾는 데 목적이 있다.

기판은 Bare glass 사용했고, 세정액을 이용하여 세정한 후 Spin coating 법을 이용하여 500rpm - 5sec (도포), 1500rpm - 5sec (코팅) 하였다. 코팅된 유리 기판을 Hot plate를 이용하여 소성하였는데 이때 분위기는 상압, 진공, 질소분위기에서 실시하였고, 진공분위기는 Vacuum chamber를 이용하여 진행하였다. 위 3가지 조건을 각각 시간 1min~5min, 온도 100°C~300°C로 달리하여 진행하였다.

투명전자잉크 Ag (10%) 박막을 제작하여 면 저항(4 point-probe), α-step, XRD(X-ray Diffraction), SEM(scanning electron microscope)를 이용하여 저항, 두께, 결정학적 특성 및 SEM-image 관찰 하였다.

그림 1. 본 연구에서 사용한 투명전자잉크(은 착체화합물)의 화학식이다. 은 착체화합물은 화학식(1)로 표시되는 하나 이상의 은 화합물과 화학식(2) 또는 (3)내지 (5)에서 선택되는 하나 이상의 암모늄 카바메이트계 화합물 또는 암모늄 카보네이트계 화합물을 반응시켜 얻어진다.[1]

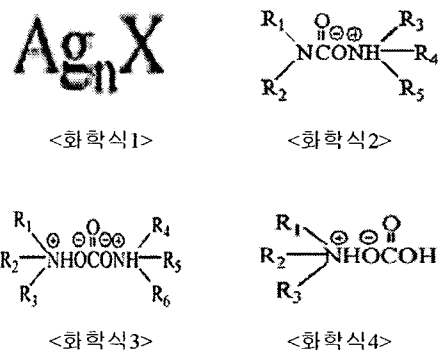


그림 1. 은 착체화합물 화학식 <1~4>.

2. 실험

투명전자잉크 Ag(10%)를 이용하여 실험을 진행하였다.

3. 결과 및 검토

그림 2. 4 point-probe 이용하여 면 저항을 측정한 결과

이다. 상압, 질소, 진공 분위기를 달리한 결과 모두 115°C 구간에서 면 저항의 급격한 저하(110°C- $1.69 \times 10^7 \Omega/\square$, 115°C- $0.88 \Omega/\square$)를 볼 수 있다. 소성분위기는 소성특성에 큰 영향이 없고, 소성이 시작되는 115°C가 임계온도라 생각된다.

그림 2. insert 그래프는 두께 측정결과를 나타낸 것이다. 임계온도 115°C구간에서 급격한 두께의 감소(110°C-, 110°C에서 각각 2000 Å, 1930 Å을 보였고, 115 ~ 300°C에서 약 1385 Å)를 관찰할 수 있었다.

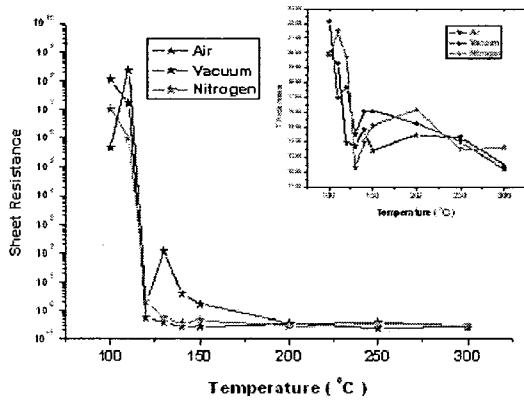


그림 2. Sheet resistance & Thickness of Ag(10%) ink.

이는 소성이 시작되면서 암모늄 카바메이트계 화합물과 결합되어있던 은 입자가 결합을 끊고 화합물(용액)은 증발하면서 두께의 감소가 일어났다고 생각된다.

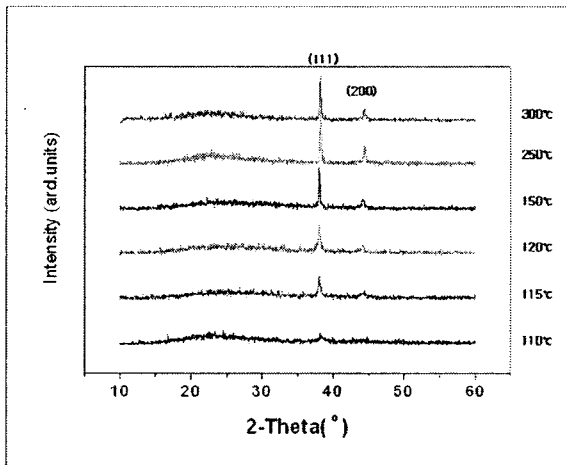


그림 3. 소성시간 5min, 상압 온도변화에 따른 결정학적 특성.

그림 3. XRD(X-ray Diffraction)을 이용한 결정학적 특성 결과이다. 재현성이 좋은 상압조건에서 온도변화에 따라 intensity를 측정하였다. 100°C에서 Ag intensity를 볼 수 없었지만 임계온도 115°C를 넘어서면서 intensity의 증가를 관찰할 수 있었다. 115 ~ 300°C의 소성온도구간에서, 250°C에서 intensity 최대임을 관찰할 수 있었다.

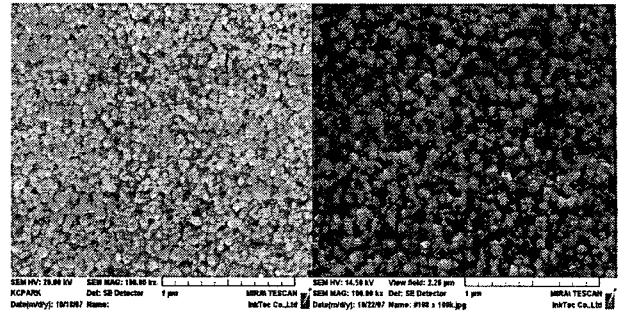


그림 4. SEM image 소성시간 5min, 소성온도변화 (100.00 kx).

그림 4. 재현성이 좋은 상압에서 소성시간 5min 온도변화에 따른 SEM(scanning electron microscope) 이용한 미세조직 관찰 결과이다. 임계온도 115°C이상에서 소성온도가 증가하면 grain size 증가를 볼 수 있다.

4. 결론

투명전자잉크 (Ag 10%)를 이용, 스프인코팅법을 이용하여 유리기판위에 코팅 후 소성과정을 거쳐 박막코팅을 얻었다. 이 과정에서 소성시간, 온도, 분위기를 달리하여 저항 특성 및 표면특성, 미세조직 관찰을 통해 재현성 있고, 신뢰성 있는 조건을 찾아보았다. 상압, 질소, 진공분위기 중 상압조건에서 가장 재현성 있게 관찰되었다. 그리고 115°C 구간에서 급격한 저항 감소(110°C- $1.69 \times 10^7 \Omega/\square$, 115°C- $0.88 \Omega/\square$)와 두께 감소(110°C- 1930 Å, 115°C- 1385 Å)를 관찰할 수 있었고, 온도의 증가에 따라 Ag Grain size, Intensity 증가함을 알 수 있었다. 본 연구를 통하여 115°C 임계온도를 찾을 수 있었고, 임계온도에서 5min 소성을 하였을 때 가장 낮은 면 저항 값을 얻을 수 있었으며, 소성분위기는 소성특성에 큰 영향이 없으며 상압분위기에서 가장 재현성 있게 나타났다.

참고 문헌

- [1] 투명 은 잉크 조성물 및 이를 이용한 박막 형성방법 (공개특허 10-2006-0097271) 출원인 : 주식회사 잉크테크
- [2] 유기 은 착제 화합물, 이의 제조방법 및 이를 이용한 박막형성방법 (등록특허 10-0727466) 출원인 : 주식회사 잉크테크
- [3] Zhenchun Liu, Yi Su, Kody Varahramyan, Thin Solid Films. Vol. 478, p. 275-279, 2005
- [4] John B. Szczech, Constantine M. Megaridis, Daniel R. Gamota, Senior Member, IEEE, and Jie Zhang, Member, IEEE. Vol. 25, NO.1
- [5] S.B. Fuller, E.J. Wilhelm, J.M. Jacobson, J. Microelectronmech. Syst.11 (2002) 54.