

ZnO 나노선을 이용한 면 발열 특성

노임준^{1,2}, 김성현², 이경일², 신백균¹, 조진우²
 인하대학교¹, 전자부품연구원²

Property of film heater using ZnO nanowires

I. J. No^{1,2}, S.H. Kim², K.I. Lee², P.K. Shin¹, J.W. Cho²
 INHA Univ¹, Korea Electronics Technology Institute²

Abstract - 수열합성법을 이용하여 ZnO 나노선을 합성 하였다. 리사이클 공정을 통해 얻은 양질의 길고 수직한 나노선은 기판과 분리공정을 통해 분리된 후 유전체 층이 올라간 실리콘 웨이퍼 위에 스프레이 공정을 통해 고르게 분사 되었고 열처리 공정을 통해 면 발열 소자로서 제작 되었다. 소자 양단 전극에 전계를 인가한 후 열화상카메라를 통해 발열상태를 확인 하였다.

하였다. 기판은 기본 세척공정을 통해 깨끗하게 세척 후 건조 하였다. 이후 기판과 분리된 ZnO 나노선 0.5g과 에탄올 30ml를 48시간 스테어링 한 나노선 솔루션을 에어 브러쉬를 통해 wafer 위에 분사 하였다. 분사 중 기판과 에어브러쉬 간격은 일정하게 유지 되었으며 기판은 150°C로 유지된 핫플레이트 위에 고정된 후 분사를 실시하였다. 분사를 마친 샘플은 70°C 오븐에서 24시간동안 건조 되었다. 건조된 나노선 위에 웨도우 마스크를 이용 하여 열 기상 증착 기술을 통하여 패턴된 팔드를 증착 하였다.

1. 서 론

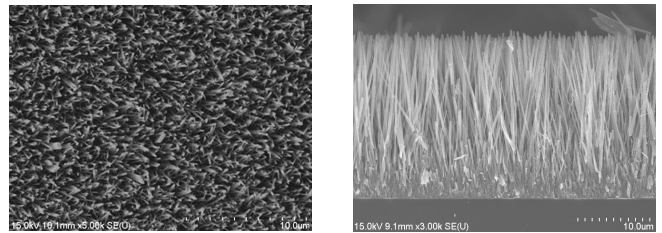
1차원적 zinc oxide는 낮은 비용 큰 밴드갭 그리고 발광특성들 때문에 중요한 기초 재료로서 많은 관심을 받고 있다. 또한 넓은 광폭대, 가스 센서, 배리스터, 투명전도막 그리고 태양전지등과 같이 응용범위도 다양 하다[1]. 현재 1차원적 zinc oxide 의 제작은 다양한 방법으로 널리 연구 되고 있다. 예를 들어 vapor-liquid-solid epitaxial(VLSE), 열기상 증착법, hydrothermal methods, template-based growth, 화학기상 증착법, 그리고 pulsed laser deposition 있다[2]. 이들 방법중 액상공정은 ZnO 합성법에서 가장 널리 이용되는 방법 중 하나로 알려져 있다. 왜냐하면 단순성, 재현성, 대면적화, 낮은 비용 등의 이점들 때문이다. 지난 수십 년 동안 다양한 ZnO 는 와이어, 벨트, 로드, 튜브의 형태로 합성되어 왔다. 최근의 연구에서 100°C이하의 저온과 낮은 비용, 대면적의 액상기반 와이어 합성법을 이용해 잘 정렬된 ZnO 나노와이어를 성장시키는 연구가 활발히 진행 중이다. 이 방법은 임의의 대면적의 기판위에 잘 정렬된 나노와이어를 합성할 수 있다. 이 방법을 통해 낮은 가격에 많은 양의 나노와이어를 생산할 수 있다. 이렇게 생성된 양질의 나노선은 우수한 단결정의 기능성 재료로서 다양한 전자소자에 응용되어 쓰일 수 있다. 특히 최근 가장 각광받고 있는 발열소자 응용에 큰 주목을 받고 있다.[3] 왜냐하면 저렴한 제작비용에 단시간에 작은 에너지로 큰 발열 효과를 얻을 수 있기 때문이다. 그러므로 본 논문에서는 스프레이 코팅에 의해 네트워크된 ZnO 나노선에 전계를 인가하여 면 발열특성을 관찰하여 향후 발전 가능성을 증명 하였다.

2.1.3 분석방법

합성된 ZnO 나노와이어는 FE-SEM 이미지를 통하여 표면 및 단면의 형태를 관찰 하였다. TEM 이미지를 통하여 나노와이어의 결정성을 확인 하였다. 또한 EDS를 이용하여 나노와이어의 성분을 분석하였다. DC 파워스플라이와 열화상 카메라를 통해 전압에 따른 면발열체 온도를 확인 하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 ZnO 나노와이어의 합성



〈그림 1〉 ZnO 나노와이어의 SEM 이미지

2. 본 론

2.1 실험 방법

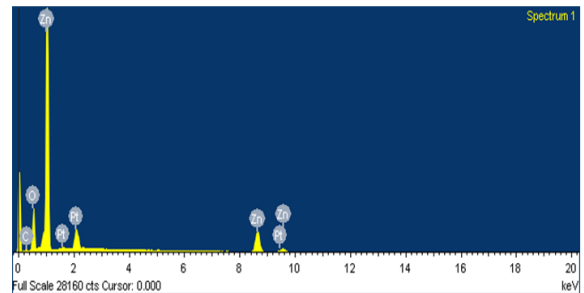
2.1.1 ZnO nanowires 합성

ZnO 나노와이어를 합성하기 위하여 hydrothermal 법을 이용하였다. 우선 나노와이어를 성장시킬 기판으로서 Corning glass 를 이용하였으며, 기판은 아세톤(10분), 에탄올(10분), 이소프로필알콜(10분), D-I water(10분)의 순서로 Ultra sonic을 이용하여 각각 세척 하였다. 세척을 마친 glass 는 질소가스를 이용하여 건조 시켰다. 세척된 기판위에 스퍼터링을 이용하여 나노와이어 합성을 위한 Seed 층을 증착 하였다. 이때 Seed 층을 위한 스퍼터 타겟은 AZO (Al₂O₃ 2%, Zn 98%)을 이용하여 45nm를 증착하였다. 이후 seed층이 증착된 기판은 Autoclave형 나노구조체 성장장비의 홀더에 고정시키고 zincnitratehexahydrate (Zn(NO₃)₂·6H₂O)(0.015M), hexamethylenetetramine(HMT)(C₆H₁₂N₄)(0.015 M) Polyethylenimine (PEI)(0.03M) 그리고 Ammonium chloride(0.05~0.11 M)이 혼합된 수용액 안에 담그었다. 이후 온도를 90°C로 고정된 후 180분에 한번씩 300시간동안 리사이클을 하며 합성 하였다. 합성된 나노와이어를 수용액에서 빼낸 후 탈이온수에 수차례 세척하였다. 세척을 마친 후 질소가스를 이용하여 건조시키고 70°C 오븐에서 30분 동안 완전 건조 시켰다.

2.1.2 면 발열 소자의 제작

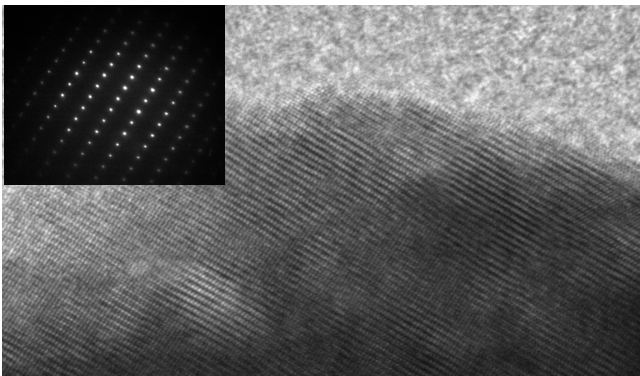
면 발열 소자의 기판 으로서 SiO₂막이 증착된 Silicon wafer를 이용

그림 1 은 수열 합성법을 통해 성장한 ZnO 나노선의 SEM 이미지 이다. 나노선은 3시간 마다 한 번씩 총 300시간 합성 하였고 분석을 통해 확인된 나노선의 직경은 70nm 이하, 길이는 23µm로 성장 하였다. 이렇게 나노선을 수직하고 길게 성장할 수 있었던 이유는 Ammonium chloride(A.C)와 Polyethylenimine(PEI)의 영향 때문이다. 이 두가지 물질은 Zn⁺이온과 OH⁻ 이온이 액상에서 자발점을 형성하여 씨드가 아닌 이외의 공간에서 성장하는 것을 방해하여 이온농도가 급격히 떨어지는 것을 막아주기 때문에 이온들이 씨드에 집중할 수 있도록 도와준다. 또한 PEI 체인이 seed의 일정부분을 덮어 capping 역할을 해주므로 capping 영역 이외의 일정부분에서 나노선이 집중적으로 자라게 되어 더 길고 수직하게 성장하게 되는 것이다.[4]



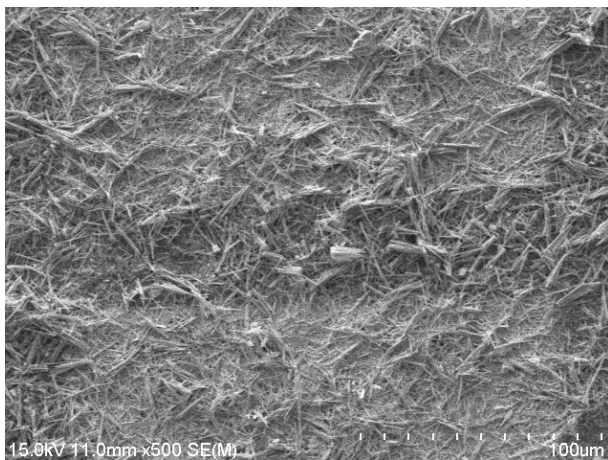
〈그림 2〉 ZnO 나노와이어의 EDS 분석

이렇게 성장한 나노선의 성분을 분석하기 위하여 EDS를 통해 분석 하였다. 그림 2는 EDS를 통한 성분 이미지를 나타내었다. 그림을 통해 알 수 있듯이 와이어는 ZnO로 이루어져 있으며 어떠한 추가 불순물이 포함되어 있지 않다는 것을 확인할 수 있다. 이러한 나노선을 기관과 잘 분리하여 나노선 만들 획득한 후 TEM과 SAED 패턴을 확인 하였다.



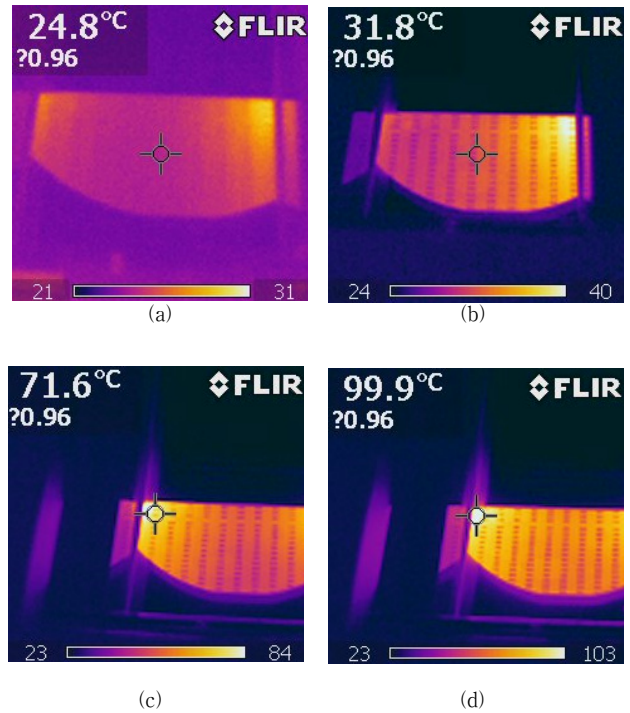
〈그림 3〉 ZnO 나노와이어의 TEM 이미지 와 SAED 패턴(삽입)

그림 3은 합성된 ZnO 나노와이어의 TEM 이미지를 나타내었다. 또한 제한시야 전자회절패턴(SAED)을 삽입하였다. 이 그림을 통하여 우리는 나노와이어가 (0001)방향의 우세한 c-축 배향성의 단결정임을 확인할 수 있다. 이처럼 우수한 양질의 나노선 0.5g 과 에탄올 30ml를 48시간 혼합하여 얻어진 슬루션을 에어브러쉬를 이용하여 분사 하였다. 분사 시 기판은 150℃로 유지된 핫플레이트 위에 고정 하였고, 고정된 상태에서 기관과 에어 브러쉬의 간격을 약 30 cm로 일정하게 유지한 상태에서 만들어진 슬루션을 모두 분사 하였다. 분사 시 핫플레이트 온도 때문에 나노선이 모치거나, 퍼지는 현상은 일어나지 않았다. 분사 후 70 ℃ 오븐에서 24시간 건조를 진행했다.



〈그림 4〉 면 발열체의 SEM 이미지

그림 4는 열 건조된 면 발열체의 SEM 이미지를 보여준다. 그림에서 확인할 수 있듯이 나노선이 기관위에서 네트워킹 되어 있는 알 수 있었으며, 제조된 면 발열체 양 끝단에 은 페이스트를 이용하여 전극을 형성 하였다. 발열 특성을 확인하기 위해 면 발열체 분석 시스템 홀더에 샘플을 고정시키고 양 전극사이에 DC 파워서플라이를 이용하여 전계를 인가한 후 시간에 따른 온도 상승을 확인하였다. 이때 전압은 40 v 로 유지하였고 전류는 0.5 A 이하로 제한 하였다. 이때 흐르는 총 전력값은 20 W이다. 그림 5는 열화상 카메라를 이용하여 발열 특성을 나타낸 이미지 이다. 시간에 따른 온도변화를 관찰한 것으로 초기(실온)에서부터 3초 후 31.8℃, 6초 후 71.6℃, 9초 후 99.9℃로 단시간 내에 온도가 급격히 증가하는 것을 확인할 수 있었다.



〈그림 5〉 ZnO 나노선의 발열특성 (a) base (b) 3[sec] (c) 6[sec] (d) 9[sec]

3. 결 론

ZnO 나노선을 수열 합성법을 이용하여 합성 하였다. 특히 ammonium chloride(A.C)와 Polyethylenimine(PEI)가 혼합된 반응 용액내에서 리사이클을 통해 합성한 나노선은 25µm이상의 굉장히 길고 수직 한 나노선을 성장시켰다. 성장된 나노선은 TEM과 SAED 패턴을 통해 단결정인 것을 확인하였고 EDS를 통해 ZnO 성분을 확인하였다. 또한 분사되어 열처리된 네트워킹된 나노선을 확인하였고, 열화상 카메라를 통해 시간에 따른 급속한 온도 변화를 관찰 하였다. 본 연구를 통하여 ZnO 나노선의 면발열 소자로서의 가능성을 확인하였고 이는 향후 투과율 개선을 통해 투명 발열 소자의 응용 분야에서 아주 유용한 재료임을 확인 하였다.

This research was supported by a National Platform Technology grant (10033707) supported by the Ministry of the Knowledge Economy of Korea.

[참 고 문 헌]

- [1] L Liao, "Field emission property improvement of ZnO nanowires coated with amorphous carbon and carbon nitride films", Nanotechnology, 16, 985, 2005
- [2] Shaojing Bu, "Growth of ZnO Nanowires in Aqueous Solution by a Dissolution-Growth Mechanism", Journal of Nanomaterials, 2008, 5, 2008
- [3] Yeo-Hwan Yoon, "Transparent Film Heater Using Single-Walled Carbon Nanotubes", Advanced Materials, 2007, 19, 4284
- [4] Ming Wang, "Seed-layer controlled synthesis of well-aligned ZnO nanowire arrays via a low temperature aqueous solution method", Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 19, 211, 2008