

MOD법에 의한 ITO 투광성 도전박막의 제조 및 물성

이 병우

한국해양대학교 재료공학과

(1998년 1월 21일 접수)

Preparation and Characterization of Transparent Conductive ITO Films by MOD Process

B.W. Lee

Department of Materials Engineering, Korea Maritime University,
Pusan 606-791, Korea

(Received January 21, 1998)

요약

습식화학적 박막 제조방법 중의 하나인 Metallo-Organic Deposition(MOD)법으로 Indium Tin Oxide(ITO, $\text{In}_2\text{O}_3\text{-SnO}_2$) 투광성 도전박막을 제조하였다. In(III)-acetate hydrate와 tetrabutyltin을 출발원료로 사용하였고 공통용매인 2-ethylhexanoic acid에 녹인 후 반응생성물을 증발시켜 혼합용액을 얻었으며, 이 용액에 다시 수분에 대한 안정성을 부여하기 위해 소수성 용매인 2-ethylhexanol을 침가하여 최종적인 용액의 농도와 점도를 조절하였다. Spin coating과 dip coating으로 박막을 제조하였으며 농도와 점도가 낮은 용액은 dip coating에 적당하였고, 높은 용액은 spin coating에 적당하였다. 건조와 coating을 반복하여 원하는 두께의 균열 없는 박막을 얻을 수 있었다. 이렇게 제조된 박막은 400°C 이하의 저온에서 유기물의 분해와 함께 단일상의 ITO로 합성되었다. 가시광선에 대한 투광도는 0.42 μm 이하의 박막 두께에서 평균 90% 이상의 결과를 보였으며, 열처리 온도가 증가함에 따라 결정성의 증가와 결정립의 성장으로 전기전도도가 높아졌다. Four point probe법으로 측정한 비저항 값은 600°C에서 열처리한 박막의 경우 $10^2 \Omega \cdot \text{cm}$ 정도였다.

ABSTRACT

$\text{In}_2\text{O}_3\text{-SnO}_2$ (ITO) thin films have been prepared by Metallo-organic Deposition(MOD) process. In this study, ITO thin films have been prepared by MOD process using hydrophobic solvent and their optical and electrical properties were characterized. Metal organic precursors were dissolved in 2-ethylhexanol hydrophobic solvent to make the stable solution and the rheology(concentration and viscosity) adjusted solution was coated on glass substrates by dipping and spinning. The lower concentration solution was suitable for dip coating and the higher one was suitable for spin coating. Crack free films were made and the film thickness was controlled by repeating the coating and drying process. The films prepared have shown the formation of single phase ITO below 400°C with decomposition of organic components. Transparency of the films(thickness: below 0.42 μm) showed over 90% of average value in visible range. Increase of temperature made higher electric conductivity because of increase of the crystallinity and grain growth. The result of four point probe method on the film heat treated at 600°C showed resistivity of $\sim 10^2 \Omega \cdot \text{cm}$.

Key words : ITO, MOD, Hydrophobic solvent, Transparent conductive films

1. 서 론

광 투과성 도전박막으로 가시광선에서의 투광성이 높으며 전기전도도 또한 높은 Indium Tin Oxide(ITO, $\text{In}_2\text{O}_3\text{-SnO}_2$)가 가장 주목받고 있다. 이 ITO 박막은 예전

표시소자(LCD), 태양전지, 광메모리, ECD(Electrochromic Devices) 등 전기광학 재료의 전극 및 열반사거울(heat reflector), 정전기 방지용 박막으로도 사용되고 있다. 투광성 도전박막을 제조하기 위해 여러 가지 방법이 행해져 왔다. 일반적으로 물리적 방법(PVD)인

진공증착, 전자 beam 증착, r.f. sputtering, d.c. sputtering 등이 사용되고 있으며,¹⁻⁴⁾ sol-gel법이나 염화물(chloride) 등의 열분해를 이용한 습식화학적방법(wet chemical method)도 발표되었으나,⁵⁻⁷⁾ 본 실험과 같은 '소수성 용매를 사용한 MOD법'에 의한 ITO 박막제조에 대한 연구는 아직 미흡한 실정이다.

습식화학적 방법들은 원료 준비단계에서부터 분자단위에 이르는 혼합이 이루어져 복잡한 조성의 성분도 균질한 혼합이 가능하고 박막의 조성을 쉽게 조절할 수 있으며,^{8,9)} 용액의 점도, 농도, 및 표면장력의 조절이 쉬워 박막 제조방법도 담금(dipping), 회전(spinning), 분사(spraying) 등으로 CVD나 PVD에서는 적용하기 힘든 대용적의 기판 및 복잡한 형상의 기판에도 박막제조가 가능하고, 비교적 장치와 공정이 간편하여 제조비용 또한 상대적으로 저렴하다는 등의 장점이 있다.

습식화학적 박막 제조방법 중 sol-gel법과 MOD법은 유기금속화합물을 사용한다는 점에서는 같으나, 복합금속알콕시드(저분자량-low molecular weight-화합물)의 수화(hydrolysis)를 이용하는 sol-gel법과는 달리, MOD법에서는 고분자량(high molecular weight)의 유기금속화합물(metallo-organic compound)을 원료물질 또는 용매(solvent)로 이용하여 gel 형성과정 없이 박막을 제조하는 차이점이 있다.¹⁰⁾ Sol-gel법에서는 금속의 alkoxides들을 공통용매에 용해(dissolution)하고 reflux 및 증류(정제) 등의 복잡한 과정을 거쳐 원료준비를 한다. 이러한 원료용액은 수분에 상당히 민감하기 때문에 항상 조절된 분위기가 필요하며 원료용액을 장기간 보관할 때 문제가 발생하기 쉽다. Sol-gel법에서는 박막형성시 (복합)알콕시드의 가수분해를 통한 중합반응(polymerization)이 일어나므로 박막제조를 하기 위해서는 가수분해 속도 및 용매증발을 조절하기 위한 β -diketon이나 amine계 등의 안정제(stabilizer)를 원료용액에 첨가하여야 한다.^{11,12)} 이러한 과정들이 sol-gel법을 복잡하게 만들며, 비록 안정제를 첨가하였더라도 coating 후 건조과정에서 중합반응과 거의 동시에 용매의 증발이 일어나기 때문에, 즉 완전한 가교를 형성하기 전에 용매가 증발함으로써 수직 및 수평방향으로의 응력이 발생하기 때문에 균열이 발생하기 쉽다. 반면에 MOD법, 특히 본 실험에서와 같이 분자량이 큰 소수성의 2-ethylhexanol이나 octanol 등을 용매로 사용하면 원료용액의 수분에 대한 안정성이 증대되며, coating 후 건조과정에서도 용매가 모두 증발한 후 중합반응이 발생하기 때문에 박막의 수축이 기판과 평행하게 일어남으로써 균열이 없는 박막을 얻을 수 있게된다. 본 실험에 선 용매 증발(건조) 온도인 330°C의 로(furnace) 안에 coating한 기판을 직접 투입하여도 균열 없는 박막을 얻

을 수 있었다. 또한 이 MOD법은 sol-gel법 보다도 공정이 간단하고 손쉬우면서도 대용적 기판에 응용이 가능한 유용한 방법이다.

또한 소수성 용매를 사용한 MOD법은 최근 비휘발성 DRAM 등으로 연구가 활발한 PZT, BaTiO₃, PbTiO₃ 등은 물론 antireflection coating을 포함한 광학 및 전기광학재료 등 대부분의 세라믹 박막제조에도 응용이 될 수 있기 때문에 그 과급효과도 높을 것으로 기대된다.

따라서 본 실험의 목적은 아직 활발히 연구되고 있지 않은 소수성 용매를 사용한 MOD법으로 균열 없는 ITO 박막을 제조하고 그 물성을 측정하는 것이다.

2. 실험방법

본 연구에서는 MOD법으로 용액을 제조하였고 spinning과 dipping으로 유리기판 상에 In_{1.80}Sn_{0.14}O₃의 박막을 제조하였으며, 제조된 박막의 온도에 따른 상 형성, 광학적 물성과, 전기적 물성 등에 관해 조사하였다. 이 조성은 Yamamoto 등의 연구⁷⁾에서 가장 좋은 물성을 보인 조성을 선택하여 실험하였다.

실험 공정도는 Fig. 1과 같으며 실험과정은 다음과 같다.

2.1. 용액준비

In과 Sn원(precursor)으로는 분말 형태인 In(III)-ace-

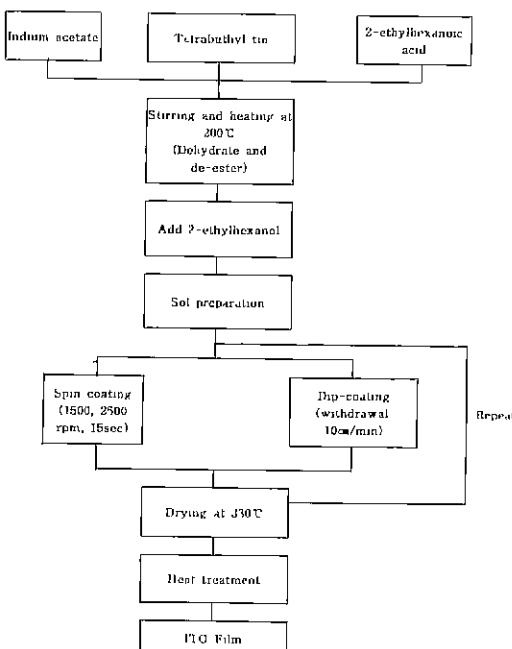


Fig. 1. Flow diagram for the MOD processing of ITO films.

tate hydrate($(CH_3CO_2)_2In \cdot xH_2O$)와 상온에서 액체인 tetrabutyltin($C_{16}H_{36}Sn$)을 사용하였다. In(III)-acetate hydrate가 소수성 용매인 2-ethylhexanol ($CH_3(CH_2)_3CH(C_2H_5)CH_2OH$)에 대한 용해도가 작기 때문에 두 출발원료의 공통용매인 2-ethylhexanoic acid ($CH_3(CH_2)_3CH(C_2H_5)CO_2H$)에 일단 녹인 후 2-ethylhexanol을 첨가하였다.

In(III)-acetate hydrate와 tetrabutyltin은 $In_{1.88}Sn_{0.14}O_4$ 의 조성에 맞도록 칭량한 후 온도가 조절되는 자력교반기 상에서 2-ethylhexanoic acid에 녹였으며 이렇게 제조된 용액은 반응생성물을 제거하기 위해 200°C(주반응생성물인 acetic acid의 회발온도: ~118°C)로 가열하였다. 이렇게 합성된 용액은 약간 노란색을 띠는 점도가 높은 용액을 형성하고 계속 가열하면 색이 보다 진해지며 점도도 더 높아진다. 이렇게 얻어진 용액의 농도를 조절하고 본 실험의 목적인 수화반응을 억제하여 용액에 안정성을 주기 위하여 소수성 용매인 2-ethylhexanol을 첨가하였다. 이렇게 얻어진 용액은 3 mL 씩 편취한 후 저온에서 서서히 가열하여 유기물들을 제거하였고 600°C, 1시간 열처리하여 혼합용액의 농도를 결정($In_{1.88}Sn_{0.14}O_4$ 로 정량)하였다. 본 실험에서는 농도가 다른 두 가지 용액을 사용하여 박막을 제조하였으며, 사용된 두 용액(A, B)의 농도는 각각 0.12, 0.22 mol/l 였고, 각각의 용액에 대해 rotating viscometer(Haake RS75)를 사용하여 점도를 측정하였다.

2.2. 박막제조

Dipping과 spinning에 의해 박막을 제조하였다. 기판으로는 slide glass($75 \times 25 \times 1$ mm)를 사용하였다. Dipping에 의한 박막은 기판을 용액 중에서 서서히 인상(10 cm/min)하여 공기 중에서 5분간 유지한 후 열처리하여 제조하였다. Spinning에 의한 박막제조는 자체 제작한 spinner를 사용하여 용액 A에 대해 1500 rpm으로, B에 대해 1500과 2500 rpm으로 상온에서 15초간 시행하였다. 이와 같이 얻어진 박막은 용액 중 유기를 성분을 제거하기 위해 330°C에서 30분 동안 가열 조작하였으며, 원하는 최종 두께를 얻기 위해 이렇게 열처리된 기판 상에 coating과 열처리를 반복하였다. 330°C에서 열처리된 박막들은 승온속도 200°C/h로 400, 500, 600, 700°C에서 각각 1시간씩 열처리하여 최종 박막을 얻었다.

2.3. 박막의 분석

Metal organic 화합물의 유기물 분해온도와 결정화온도를 알아보기 위해 합성용액을 200°C에서 72시간동안 가열, 전조하여 분말로 만든 후 TG-DTA(TA SDT 2960)를 사용하여 승온속도 5°C/min로 상온에서 700°C 까지 열 분석하였다. 온도 변화에 따른 상 변화를 직접 관찰하기 위해 각각 온도별로 열처리한 분말과 박막에 대해 X-ray 회절분석(XRD(Cu-K α): Rigaku D/MAX 1000)을 실시하였다. Coating 방법과 횟수에 따른 박막의 두께는 (Alpha step) profilometer를 이용하여 측정하였다. 박막의 미세구조와 두께를 관찰하기 위해 주사전자현미경(SEM: Hitachi S-2400)을 이용하였다. 광 투과성은 spectrophotometer를 사용하여 200~900 nm 범위에서 측정하였다. 박막의 전기비저항은 4-point probe 장치를 사용하여 구하였다. 이때 우선 먼저 헥시(resistivity, $\Omega \cdot \text{cm}$)값을 보정계수(correction factor, $\pi/ln2$)와 함께 구하고, 여기에 박막의 두께를 연산하여 비저항(resistivity, $\Omega \cdot \text{cm}$) 값을 구하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 합성 용액의 특성

본 실험에선 농도 및 점도를 달리한 A(0.12 mol/l), B(0.22 mol/l) 용액을 합성하여 실험하였다. 용액의 농도 및 점도는 실험방법에 기술하였듯이 In과 Sn 원료를 2-ethylhexanoic acid에 용해한 후 가열하면서 조절할 수 있었다. 온도를 가해 반응생성물과 용매를 증발시키면 노란색을 띠었던 용액이 점점 진한색을 보이면서 농도와 점도가 높아지게 된다. A와 B 용액은 각각 출발용액에서 20%와 60% 정도의 용매를 증발시킨 다음에 각각의 용액과 같은 양의 2-ethylhexanol을 첨가함으로써 최종 농도와 점도를 얻었다. 만일 소수성 용매인 2-ethylhexanol을 첨가하지 않으면 시간이 지남에 따라 공기중의 수분과 반응하여 수화생성물인 점도가 상당히 높은 gel을 형성함으로써 spin coating이나 dip coating을 불가능하게 한다. 이러한 gel이 형성되더라도 그 용액에 2-ethylhexanol을 첨가하고 수분의 증발온도인 100°C에서 가열하면 다시 안정된 용액을 얻을 수 있다. 이렇게 수분에 대해 안정화된 용액은 공기중에서 한달 이상 보

Table 1. Properties of Prepared Solutions and Thickness Variations of Films Prepared by Spinning and Dipping

Solution	Concentration (mol/l)	Viscosity (mPa s)	Single layer thickness (Spin coating)	Single layer thickness (Dip coating)
A	0.12	11	0.04 μm(at 1500 rpm)	0.21 μm
B	0.22	15	0.1 μm(at 1500 rpm) 0.06 μm(at 2500 rpm)	0.45 μm

관하여도 그 용액에 아무런 변화가 생기지 않았다.

이렇게 하여 농도에 있어서 2 배정도 차이가 있고 점도도 다른 A, B 용액을 합성하였으며, 각 용액의 특성과 이러한 용액을 사용하여 얻은 박막의 두께를 Table 1에 나타내었다. 점도 및 농도가 높은 B 용액을 가지고 각각 다른 회전속도로 spin coating한 결과 1500 rpm에서 얻은 박막의 두께는 한 번 coating에 0.1 μm , 2500 rpm의 경우 0.06 μm 의 결과를 보여서 1500과 2500 rpm으로 coating 할 경우, 1 μm 두께의 박막을 얻기 위해서는 각각 10회와 17회 정도의 반복이 필요하였다. 용액의 농도와 점도가 낮은 A 용액에 대해서 1500 rpm의 회전속도로 coating하였을 경우 B 용액의 1500 rpm의 경우에 비해 약 0.4 배 정도의 두께를 보였다. 농도가 높은 B 용액을 사용하여 dip coating한 결과 박막의 일부에서 균열이 발생하였다. 따라서 한 번에 균열 없이 얻을 수 있는 박막의 최대 두께는 약 0.4 μm 정도임을 알 수 있었으며 이는 다른 연구결과와도 일치하였다.¹³⁾ 이 결과에 따라 A 용액만으로 dip coating하였으며 한번 coating으로 0.21 μm 두께의 균열 없는 박막이 형성되었다. 따라서 대형의 복잡한 형상의 기판에도 적용할 수 있는 dip coating의 경우에는 농도와 점도가 낮은 용액에서 coating을 반복하여 원하는 두께를 얻어야 한다. Spin coating의 경우 전술하였듯이 용액의 농도 및 점도와 spinner의 회전속도에 따라 박막의 두께가 변하였다. 같은 점도를 갖는 용액을 사용한 경우 기판의 회전속도 증가에 비례하여 박막의 두께가 감소하였다. 이와 같은 특성은 Newtonian 액체의 전형적인 특성¹⁴⁾으로 A, B 두 용액에서 Newtonian 액체의 특성인, 즉 shear stress(τ)와 shear rate(γ)가 일정비율로 비례하는, $\eta(\text{viscosity}) = \tau/\gamma$ 를 확인할 수 있었다. 따라서 박막의 두께를 spinner의 회전속도로 어느 정도 제어가 가능하다.

3.2. 열 및 XRD 분석

합성된 용액의 온도에 따른 TG-DTA 분석결과를 Fig. 2에 나타내었다. 급격한 유기물의 증발을 막기 위해 저온(200°C)에서 72시간 건조하여 얻은 분말을 분석에 사용하였다. 결과에서 보이는 100°C 부근의 중량감소와 약간의 흡착반응은 이미 200°C에서 열처리한 분말이기 때문에, 분말표면에 물리적으로 결합한 흡착수의 탈수에 의한 것으로 여겨진다. 대부분은 350°C 부근에서 끝나기는 하지만 400°C 부근까지의 비교적 큰 중량감소는 유기물의 분해에 의한 결과로 광범위한 온도영역에서 보이는 DTA 곡선의 비대칭적인 발열반응으로 보아 산화물로의 합성이 유기물분해와 동시에 발생하고 있음을 짐작하게 한다.

TG-DTA의 결과를 기초로 각 온도별로 열처리한 분말

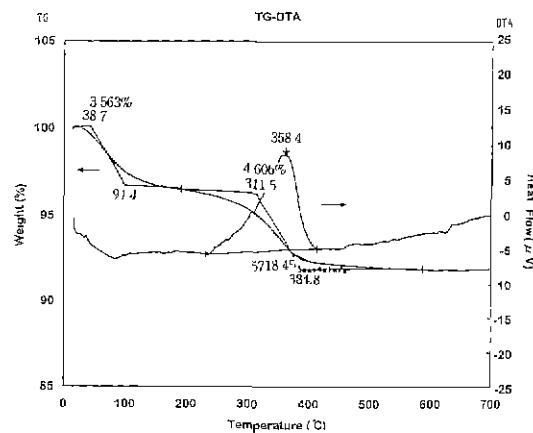


Fig. 2. TG-DTA curves of ITO powder from the prepared solution.

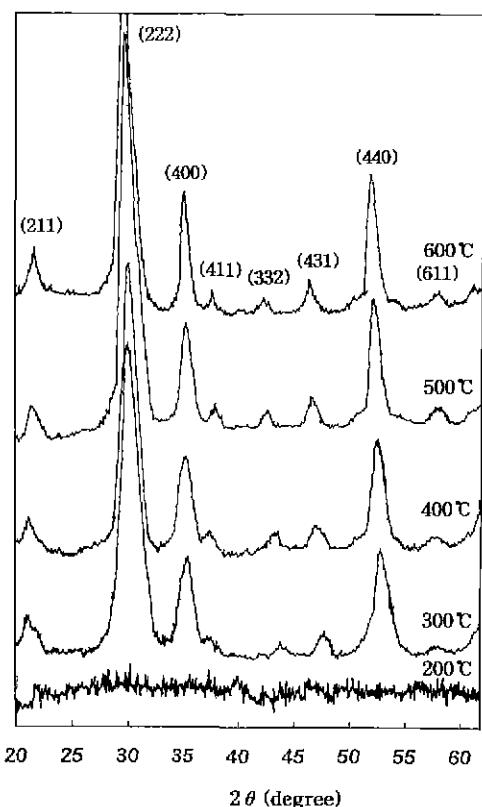


Fig. 3. XRD patterns of ITO powders heat treated at various temperatures.

의 XRD 결과를 Fig. 3에 나타내었다. 열 분석 결과에서 예측되듯이 200°C에서 열처리한 분말의 XRD는 비정질을 보이고 있으나 박막 건조 온도 이하인 300°C에서 열처리한 분말에서는 이미 $\text{In}_{1.85}\text{Sn}_{0.14}\text{O}_3$ 결정(cubic Ti_2O_3 struc-

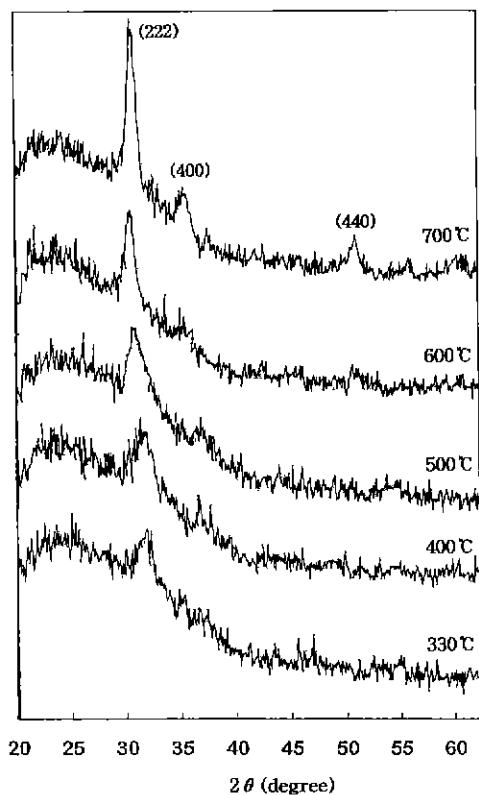


Fig. 4. XRD patterns of ITO films heat treated at various temperatures.

ture)⁷⁾이 보이기 시작한다. 이는 비교적 저온에서 단일 상(phase)으로의 합성이 일어나고 있음을 보여준다.

Fig. 4는 B 용액을 사용하여 제조한 박막(1500 rpm에서 5번 coating)의 열처리 온도별 XRD 결과를 보여준다. 분말의 XRD 결과에서 알 수 있듯이 박막의 전조온도인 330°C에서부터 결정 peak이 나오는 것을 알 수 있으며 열처리 온도가 증가함에 따라 결정화도가 증가하는 것을 알 수 있다. 얇은 박막의 특성상 유리 기판의 비정질 peak에 ITO의 주 peak와 강도가 강한 peaks들만으로 구성되어 있다.

ITO에서 In_2O_3 과 SnO_2 간의 최대 고용한계는 In_2O_3 에 SnO_2 가 고용될 경우 ~20 mol% 정도로 알려져 있고,¹⁵⁾ 본 실험조성 $In_{1.98}Sn_{0.01}O_3$ 의 경우 13 mol% 정도에 해당하므로 완전고용이 예상되며, 제조된 분말과 박막의 X-선 회절 분석 결과에서도 단일상의 ITO임을 확인할 수 있었다.

3.3. 박막의 미세구조

각각의 방법으로 제조한 박막(600°C에서 1시간 열처리)의 주사전자현미경 관찰결과를 Fig. 5에 나타내었다. Fig. 5(a)는 A 용액을 사용하여 2회 dip coating한 박막

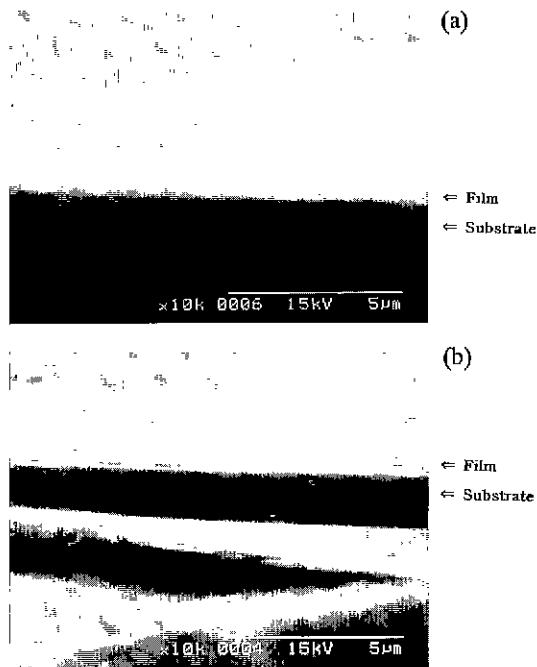


Fig. 5. SEM micrographs of ITO films(heat treated at 600°C) prepared by (a) dip coating and (b) spin coating.

의 미세구조이며, Fig. 5(b)는 B 용액을 사용하여 역시 2회 spin coating(2500 rpm)한 박막의 미세구조이다. Dip coating한 박막의 두께는 0.4 μm 정도이나 spin coating 한 박막의 두께는 0.1 μm 를 약간 넘고 있어 두 방법의 차이를 명확히 알 수 있다. 각각에서 보이는 박막의 두께는 profilometer를 이용한 측정 결과와도 잘 일치하였다. 두 경우 모두 균열은 전혀 없었으며 고른 두께와 비교적 평탄한 표면 미세구조를 보이고 있으나, spin-coating으로 얻은 박막의 경우에는 박막제조 과정에서 이물질(주로 기판 고정시 발생하는 유리 파편들)의 혼입이 쉬워 사진 좌우 양끝에 보이는 바와 같은 hump를 만들게 된다. 특히 얇은 박막의 두께 때문에 입경(grain)의 성장도 미미하여 표면에서 어떤 특징적인 미세구조도 관찰되지 않았다.

3.4. 광 투과율

Fig. 6은 용액 A를 사용하여 양쪽 면에 dip coating(Sample (a): 박막(양면)두께-0.42 μm)한 박막과 용액B를 사용하여 한쪽 면에 spin coating(Sample (b): 박막두께-0.27 μm)하여 얻은 박막을 600°C에서 1시간 열처리한 후 200-900 nm 영역에서의 광 투과율을 분석한 것이다. Bare glass인 sample (c)와 비교해보면, 두 박막 모두 400-900 nm의 넓은 가시광선 범위에 걸쳐서

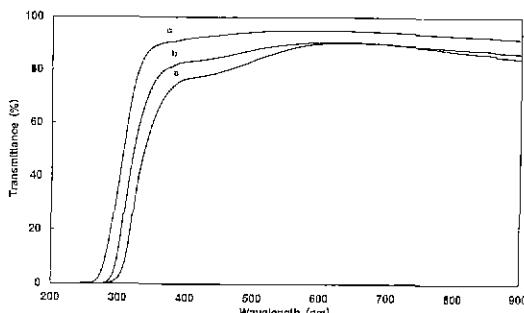


Fig. 6. Transmittance of bare glass(c) and ITO films (a and b) heat treated at 600°C. (a) ITO film dip-coated(thickness-0.42 μm) and (b) ITO film spin-coated(thickness-0.27 μm).

bare glass에 대해 평균 90% 이상의 광 투과도를 보여 주고 있어 다른 실험결과들^{2,16)}과 비교해도 비교적 높은 투광도를 보이고 있으므로 광학적으로 응용가능성이 매우 높다고 하겠다. 박막의 두께가 두꺼워 점에 따라 짧은 파장 대에서의 투광율이 먼저 감소되는 결과는 측정 과장이 박막두께에 가까워질수록 산란이 증가하기 때문으로 생각된다.

3.5. 박막의 전기전도도

Fig. 7은 B 용액을 사용하여 spin coating한 두께 0.25 μm의 박막에 대해 열처리 온도별로 측정한 비저항 값을 보여주고 있다. 비저항 값은 열처리 온도 증가에 따라 전체적으로 감소하였으며 400°C에서 500°C로 열처리한 박막에서 보이는 급격한 감소는 단일 상으로의 합성과 결정성이 증가되는 결과이고, 600°C 이상에서의 완만한 감소는 입경의 성장(grain growth)으로 입계(grain boundary)가 감소되는 결과로 해석되어진다. 본 실험에서

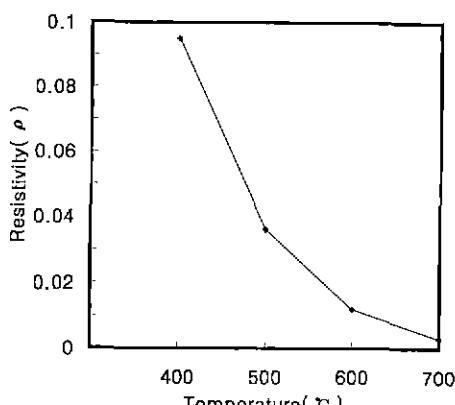


Fig. 7. Resistivity of spin coated films heat treated at various temperatures.

700°C 열처리시 유리기판의 연화 때문에 약간의 warping이 발생하였으나 물성측정에는 별다른 영향을 미치지 않아 700°C 까지를 열처리 조건 상한으로 정하였다.

Fig. 7에 나타나 있듯이 600°C에서 열처리 한 경우 10^{-2} Ω · cm 정도의 비저항 값을 보이며 700°C에서 열처리했을 경우 3×10^{-3} Ω · cm의 값을 가진다. 이는 다른 습식 화학적 ITO 박막제조 연구에서와 비슷한 결과이다.¹⁶⁾ 본 연구는 물론 다른 습식화학적 방법으로 제조된 박막의 경우에도 sputtering 등 PVD에 의해 제조된 박막보다 높은 비저항 값 즉 낮은 전기전도도를 보이며, 이러한 결과는 PVD의 경우 제조방법의 특성상 발생하는 낮은 산소 분압(PO_2) 때문에 산소 deficiency가 발생하여 ITO의 n-type 전도도를 증가시키기 때문이라 생각된다. 따라서 본 실험에서 얻은 박막의 경우도 분위기(low PO_2 atmosphere)⁶⁾ 소결을 할 경우 비저항을 낮춰 전도도를 증가시킬 수 있으리라 생각한다. ITO의 여러 용도중 전기광학 재료의 전극으로 응용하려면 낮은 열처리온도에서 $\sim 10^{-4}$ Ω · cm 정도의 낮은 비저항이 요구되기 때문에 비저항을 낮추는 추가연구가 필요하다고 하겠다.

4. 결 론

MOD법을 사용하여 균열없는 ITO-투광성 도전박막을 제조하였다. 소수성 용매를 사용하여 안정된 용액을 합성할 수 있었고, 이 용액을 이용하여 spin coating과 dip coating으로 박막을 제조하였다. 본 연구를 통해 얻은 결론은 다음과 같다.

1. 합성된 용액은 Newtonian 특성을 가지는 액체로 spinner의 회전 속도로 박막의 두께 조절이 가능하였다. B 용액을 사용하여 1500 rpm, 2500 rpm에서 얻은 박막의 경우, 각각 한 번 coating에 0.1 μm, 0.06 μm의 두께를 보였다.

2. 제조된 박막은 400°C 이하의 온도에서 유기물의 분해와 함께 산화물(단일상의 ITO)로의 합성이 이루어 졌으며 열처리 온도의 증가에 따라 결정성이 증가되었다.

3. 박막의 두께가 두꺼울수록 광 투과율이 감소하였으나, dip coating으로 제조된 0.4 μm의 두께의 박막에서도 400-900 nm의 파장대에서 광 투과율이 평균 90% 이상의 결과를 보였다.

4. 제조된 박막은 열처리 온도가 높아질수록 전기전도도가 높아졌으며, 이는 결정성의 증가와 결정립 성장의 결과로 해석되어진다. 전체적인 전기전도도 값은 다른 습식화학적 박막제조법에서와 일치하는 결과를 보여 600°C에서 열처리 한 박막의 경우 10^{-2} Ω · cm 정도의 비저항 값을 보였고, 700°C에서 열처리한 박막의 경우엔 3×10^{-3} Ω · cm 값을 나타내었다.

감사의 글

본 연구는 한국과학재단 핵심전문 연구비(961-0802-016-1)지원으로 수행되었으며 지원에 감사를 드립니다.

REFERENCES

1. D. W. Lane, J. A. Coath, K. D. Rogers, B. J. Hunnikin and H. S. Beldon, "Optical Properties and Structure of Thermally Evaporated Tin Oxide Films," *Thin Solid Films*, **221**, 262-267 (1992).
2. R. Oesterlein and H.-J. Krokoszinski, "Optical Dispersion in Electron-beam-evaporated Indium Tin Oxide Thin Films," *Thin Solid Films*, **175**, 241-247 (1989).
3. J. F. Smith, A. J. Aronson, D. Chen and W. H. Class, "Reactive Magnetron Deposition of Transparent Conductive Films," *Thin Solid Films*, **72**, 469-473 (1980).
4. T. Karasawa and Y. Miyata, "Electrical and Optical Properties of Indium Tin Oxide Thin Films Deposited on Unheated Substrates by DC Reactive Sputtering," *Thin Solid Films*, **223**, 135-141 (1993).
5. R. B. Pettit, C. S. Ashley and C. J. Brinker, Sol-Gel Technology for Thin Films, Fibers, Preforms, Electronics and Specialty Shapes, pp 80-109. Edited by L. C. Klein, Noyes Pub., Park Ridge, NJ, 1988.
6. S. Ogihara and K. Kinugawa, "Characteristics of Transparent Conductive In_2O_3 Films Prepared by Thermal Decomposition of Indium Nitrile Acetylacetone," *Yogu-Kyokai-Shi*, **90**(4), 157-163 (1982).
7. O. Yamamoto, T. Sasamoto and M. Inagaki, 'Indium Tin Oxide Thin Films Prepared by Thermal Decomposition of Ethylene Glycol Solution," *J. Mater. Res.*, **7**(9), 2488-2491 (1992).
8. J. B. Blum and S. R. Gorkovich, "Sol-gel-derived $PbTiO_3$," *J. Mater. Sci.*, **20**, 4479-4483 (1985).
9. H. Dislich, "Glassy and Crystalline Systems from Gels · Chemical Basis and Technical Application," *J. Non-Crystalline Solids*, **57**, 371-388 (1983).
10. Ceramic Films and Coating . pp. 224-347, Edited by J. B. Wachtman and R. A. Haber, Noyes Pub., Park Ridge, NJ, 1992.
11. L. E. Sanchez, D. T. Dion, S. Y. Wu and I. K. Naik, "Processing and Characterization of Sol-gel Derived Very Thin Ferroelectric Capacitors," *Ferroelectrics*, **116**, 1-17 (1991).
12. G. Yi and M. Sayer, "Sol-gel Processing of Complex Oxide Films," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **70**, 1173-1179 (1991).
13. K. D. Budd, S. K. Dey and D. A. Payne, "The Effect of Hydrolysis Conditions on the Characteristics of $PbTiO_3$ Gels and Thin Films," *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*, **73**, 711-716 (1986).
14. C. R. Barrett, W. D. Nix and A. S. Tetelman, The Principles of Engineering Materials. PP. 332, Prentice-Hall, INC., 1973.
15. J. L. Bates, C. W. Griffin, D. D. Marchant and J. E. Garnier, "Electrical Conductivity, Seebeck Coefficient and Structure of $In_2O_3-SnO_2$," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **65**(4), 673-678 (1986).
16. J. J. Xu, A. S. Shaikh and R. W. Vest, "Indium Tin Oxide from Metallo-organic Precursors," *Thin Solid Films*, **161**, 273-280 (1988).