

## Synthesis of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powders by precipitation method

Jong-Yeol Jung<sup>\*\*\*</sup>, Sang-Hun Kim<sup>\*\*\*</sup>, Eun-Tae Kang<sup>\*\*</sup>, Kyu-Sung Han<sup>\*</sup>, Jin-Ho Kim<sup>\*</sup>, Kwang-Teak Hwang<sup>\*</sup> and Woo-Seok Cho<sup>\*†</sup>

<sup>\*</sup>Icheon Branch, Korea Institute of Ceramic Engineering and Technology, Icheon 467-843, Korea

<sup>\*\*</sup>School of Nano and Advanced Materials Engineering, Gyeongsang National University, Jinju 660-701, Korea

(Received December 9, 2013)

(Revised December 30, 2013)

(Accepted January 10, 2014)

**Abstract** In this study, we investigated synthesis and characteristics of gallium oxide (Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) powders prepared by precipitation method. Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powders were synthesized using Ga(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> as a starting material and NH<sub>4</sub>OH as a precipitant. The oxidation temperature of Ga(OH)<sub>3</sub> and phase transition temperature of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> was revealed using TG-DSC analysis. The crystal structural change of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powders was investigated by XRD analysis. The morphologies and size distributions of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles were analyzed using SEM.

**Key words** Precipitation, Gallium oxide, Aging, InGaZnO

## 침전법을 이용한 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말의 합성

정종열<sup>\*\*\*</sup>, 김상훈<sup>\*\*\*</sup>, 강은태<sup>\*\*</sup>, 김진호<sup>\*</sup>, 한규성<sup>\*</sup>, 황광택<sup>\*</sup>, 조우석<sup>\*†</sup>

<sup>\*</sup>한국세라믹기술원 이천분원, 이천, 467-843

<sup>\*\*</sup>국립경상대학교 공과대학 재료공학부 재료공학과, 진주, 660-701

(2013년 12월 9일 접수)

(2013년 12월 30일 심사완료)

(2014년 1월 10일 게재확정)

**요약** 본 연구에서는 InGaZnO 반도체를 제조하기 위하여 출발물질로 사용되는 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말을 침전법을 이용하여 합성하였다. 침전법의 공정 변수인 출발물질로 사용된 Ga(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>의 농도와 aging 시간 및 온도를 제어하여 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말을 합성하고 그 물성을 분석하였다. TG-DSC 분석을 통하여 Ga(OH)<sub>3</sub>의 산화온도 및 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 상전이 온도를 확인하였고, XRD 분석을 통해 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 결정구조와 결정성의 변화를 확인하였다. 또한 SEM 관찰을 통해 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말의 미세 구조와 평균 입도 및 입도 분포를 분석하였다.

### 1. 서론

TFT(Thin film transistor)는 첨단 디스플레이의 핵심 소자 중 하나로 고해상도, 고속 구동의 디스플레이의 구현을 위해서는 TFT 반도체 소자의 높은 전하이동도가 필수적이라 할 수 있다. 액정 디스플레이에 사용되는 비정질 실리콘(amorphous silicon) TFT의 경우 1 cm<sup>2</sup>/Vs 이하의 낮은 전하이동도로 인하여 대면적 디스플레이에 한계를 보이기 때문에 이러한 비정질 실리콘 TFT의 단점을 보완하기 위해 저온 다결정 실리콘(LTPS, low

temperature poly silicon) TFT가 개발되었다. LTPS TFT의 경우 100 cm<sup>2</sup>/Vs의 높은 전하 이동도를 가지는 장점이 있으나, 비정질 실리콘에서 다결정 실리콘으로 결정상의 변화를 주는 공정으로 인해 제조공정이 복잡해지고 가격 경쟁력이 떨어지며, 대형 기판 적용에 어려움이 많아 소형 디스플레이에만 사용되고 있는 실정이다. 또한 유기물을 이용한 유기물 TFT의 경우 5 cm<sup>2</sup>/Vs 이상의 전하 이동도가 보고되었지만, 복잡한 제조 공정 및 TFT로 제조하였을 때 재현성이 부족한 단점이 있다[1-3].

이러한 TFT의 단점을 보완한 IGZO 산화물 TFT의 경우 In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>는 이동도 개선, ZnO는 네트워크 형성체, Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>는 전하억제 및 네트워크 안정제로 역할을 하기 때문에 높은 신뢰성을 가지며[5], 전하 이동도는 10 cm<sup>2</sup>/Vs 이상의 특성을 가진다. 또한 타겟으로 제조 시에 기

<sup>†</sup>Corresponding author

Tel: +82-31-645-1405

Fax: +82-31-645-1486

E-mail: wscho@kicet.re.kr

존에 사용되던 스퍼터 공정에 적용이 가능하여 대면적화가 용이하고, 공정 비용도 저렴해지는 장점이 있다[3, 6].

이러한 IGZO 산화물 TFT를 만들기 위해서는 출발물질인 In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZnO, Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 혼합하여 성형 및 소결공정을 거쳐 타겟으로 제조한 뒤 스퍼터링을 통해 TFT로 만들게 된다[7]. 이 출발물질들 중 In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZnO의 경우 수십 나노 크기의 분말을 제조하는 공정이 확립되어 있는 반면, Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 경우 아직 4~5 μm 크기의 분말을 사용하기 때문에 혼합공정에서 입자 크기의 불균일성으로 인해 타겟의 성분 불균일성이 나타나게 된다. 따라서 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말의 크기를 In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZnO와 비슷한 크기로 제조하는 공정은 IGZO 산화물 반도체 응용에 필수적이라 할 수 있다.

세라믹 분말을 제조하는 방법에는 크게 고상법과 액상법으로 나뉜다. 고상법의 경우 대량생산이 용이한 장점이 있으나, 고온의 에너지가 가해져 입자의 크기가 매우 커지는 단점을 가지고 있으며, 입도를 낮추기 위해 분쇄공정을 하게 되면 이 과정에서 불순물의 유입이 쉬운 단점이 있다[8-10]. 액상법의 경우 침전법, 졸겔법, 수열합성법 등이 있으며, 침전법은 저온에서 분말합성이 가능하여 입도가 작고 균일한 분말을 제조할 수 있다는 점과 각 공정 별 변수의 조절을 통해 입도를 조절할 수 있으며 대량 생산 공정에도 적합하다[11, 12].

따라서 본 연구에서는 침전법의 각 공정 별 주요 변수인 출발물질의 농도와 aging 시간 및 온도 변화가 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자의 결정 구조 및 미세 구조에 미치는 영향을 분석하였으며 최종적으로 1 μm 이하의 크기를 가지는 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자를 제조할 수 있는 최적의 조건을 도출하는데 중점을 두었다.

## 2. 실험방법

본 실험에서는 Ga 금속을 질산(HNO<sub>3</sub>, Deajung, 1 M)에 녹인 1 mol의 Ga(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 용액을 사용하였으며, 침전제로 수산화암모늄(NH<sub>4</sub>OH, Deajung, 28%)을 사용하였다. 질산 525 ml에 Ga 금속 69.7 g을 넣고 80°C에서 24시간 동안 교반하여 Ga 금속을 용해시킨 후 1000 ml가 되도록 증류수를 투입하여 1 mol의 Ga(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 용액을 제조하였다. 이후 Ga(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 용액에 증류수를 추가 투입하여 0.2, 0.5, 0.8 mol의 Ga(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 용액을 제조하였으며, 각 용액에 NH<sub>4</sub>OH를 투입하여 pH를 8로 맞추어 침전공정을 진행하였다. 침전을 시킨 후 결정상의 안정화를 위해 aging을 진행하였고, aging 공정은 25, 40, 80°C에서 2, 12, 24시간 동안 진행되었다. Aging이 끝난 후 원심분리기를 이용하여 3회 세척하였으며, 100°C에서 24시간 건조하여 Ga(OH)<sub>3</sub> 분말을 얻었다. 얻어진 Ga(OH)<sub>3</sub> 분말

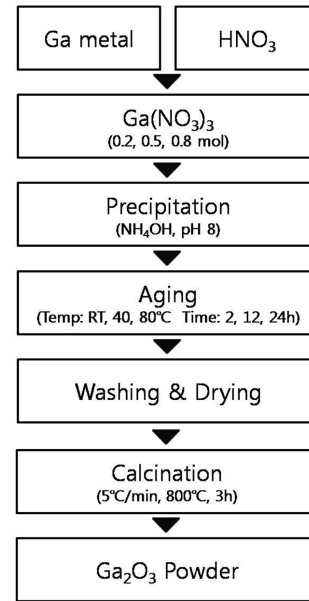


Fig. 1. Experimental procedure of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder synthesis by precipitation method.

을 Thermogravimetry - differential scanning calorimetry (TG-DSC, Shimadzu, DTG-60H)를 이용하여 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 결정화 온도 및 상전이 온도를 분석하였으며, Ga(OH)<sub>3</sub> 분말을 800°C에서 3시간 유지하여 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말을 제조하였다. Fig. 1에 본 실험의 침전법 공정도를 나타내었다.

합성된 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 결정구조를 확인하기 위해 X-ray diffractometer (XRD, Rigaku, D/2500VL/PC)를 이용하여 분석을 수행하였으며 입자의 크기와 형상을 확인하기 위해 Field emission scanning electron microscope (FE-SEM, Jeol, JSM-6390) 분석을 행하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1. Ga(OH)<sub>3</sub> 분말의 결정화 및 상전이 온도 분석

Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 결정화 및 상전이 온도를 분석하기 위하여 0.8 mol의 Ga(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 용액을 pH 8에서 침전시킨 후, 80°C에서 24시간 동안 aging 하여 얻은 Ga(OH)<sub>3</sub> 분말을 이용하여 TG-DSC 분석을 실시하였고 그 결과를 Fig. 2에 나타내었다. TG-DSC 분석은 공기 분위기에서 5°C/min의 승온 속도로 상온에서 1000°C까지 측정되었다. TGA 결과에서 보이듯이 상온에서 400°C의 구간까지 약 14%의 중량감소가 일어났으며 그 이후의 온도에서는 중량감소가 거의 관찰되지 않았다. 그리고 DSC 결과에서 약 300°C에서부터 400°C까지 흡열반응이 관찰되었으며, 742°C에서는 발열반응이 관찰되었다. 이러한 결과로 미루어 보아 Ga(OH)<sub>3</sub>가 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>로 산화되는 온도구간은

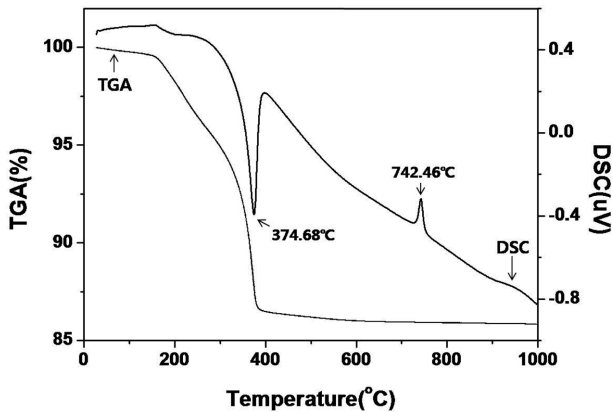


Fig. 2. TG-DSC results of the  $\text{Ga}(\text{OH})_3$  in static air with the heating rate of  $5^\circ\text{C}/\text{min}$ .

$300^\circ\text{C}$ 에서  $400^\circ\text{C}$  사이라는 것을 알 수 있으며,  $\alpha\text{-Ga}_2\text{O}_3$ 인 Rhombohedral 결정구조에서  $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ 인 Monoclinic 결정구조로 상전이가 일어나는 온도는  $740^\circ\text{C}$  부근이라는 것을 확인하였다[13, 14].

### 3.2. $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$ 용액의 농도에 따른 $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 입자의 특성 분석

0.2, 0.5, 0.8 mol의  $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$  용액을 이용하여 pH 8에서 침전을 시킨 후,  $80^\circ\text{C}$ 에서 24시간 동안 aging하여 얻은  $\text{Ga}(\text{OH})_3$  분말을 열처리하여  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말을 합성하였다. Fig. 3(a)는  $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$ 의 농도에 따른  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 XRD 분석 결과이다. 0.2, 0.5, 0.8 mol의  $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$  용액을 이용하여 합성한  $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 는 모두 monoclinic 결정구조를 나타내고 있으며, (401)면에 해당하는 피크( $30.484^\circ$ )가 intensity가 가장 강한 피크인 것으로 확인되었다. 또한 합성된  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 결정성을 확인하기 위해 (111)면에 해당하는 피크( $35.179^\circ$ )의 반가폭(FWHM, full width at half maximum)값을 측정하였으며, Scherrer equation (1)을 이용하여 grain size를 계산하여 Fig.

3(b)에 나타내었다.

$$\tau = \frac{0.9 \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \quad (1)$$

는 grain size를 나타내며,  $\lambda$ 는 Cu  $K\alpha$  radiation에 대한 X선 파장으로  $1.541 \text{ \AA}$ 이고,  $\beta$ 는 최대 세기를 갖는 peak의 반가폭,  $\theta$ 는 회절각을 나타낸다.  $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$  용액의 농도가 0.2에서 0.8 mol로 증가함에 따라 반가폭값이 0.342에서 0.329로 감소하여  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 결정성이 증가하였으며, grain size는 29 nm에서 30.5 nm로 증가하는 것을 볼 수 있었다.

다음은 합성된  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 미세구조 변화를 SEM을 이용하여 분석하였다. Fig. 4(a)~(c)는  $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$ 의 농도에 따른  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 SEM 사진이다. 0.2 mol의  $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$  용액으로 제조된  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 경우 타원모양의 약  $1 \mu\text{m}$  크기를 가진 입자가 관찰되었다.  $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$  용액의 농도가 0.5 mol로 증가된 경우  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말은 약  $2 \mu\text{m}$  크기의 침상 입자가 관찰되었으며, 0.8 mol의  $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$  용액으로 제조된  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 경우 축 방향으로 약  $4\text{--}5 \mu\text{m}$  크기를 가지는 침상 입자가 관찰되었다. 따라서 SEM을 이용한 관찰 결과  $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$ 의 농도가 증가할수록  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  입자의 형상이 타원에서 침상으로 성장하여 입자 크기가 증가하는 것으로 확인되었다.

$\text{Ga}_2\text{O}_3$  입자 크기의 경향성을 정량적으로 분석하기 위해서 SEM 사진에서 임의의 입자 z축 길이를 측정하여 입도 분포 및 평균 입자 크기를 Fig. 4(d)에 나타내었다.  $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$  용액의 농도가 0.2 mol인 경우  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말은  $0.8\text{--}1.6 \mu\text{m}$ 의 입도 분포를 보였으며, 그 평균 크기는  $1.164 \mu\text{m}$ 로 측정되었다. 0.5 mol의  $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$  용액이 사용된  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 경우  $1.4\text{--}3.0 \mu\text{m}$ 의 입도 분포와  $2.278 \mu\text{m}$ 의 평균 크기를 보였으며, 0.8 mol의  $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$  용액이 사용된  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 경우  $2.2\text{--}5.4 \mu\text{m}$ 의 가장 넓은 입도 분포가 관찰되었고 그 평균 크기는  $4.224 \mu\text{m}$ 로 측정되었다.  $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$  용액의 농도에 따른 입자의

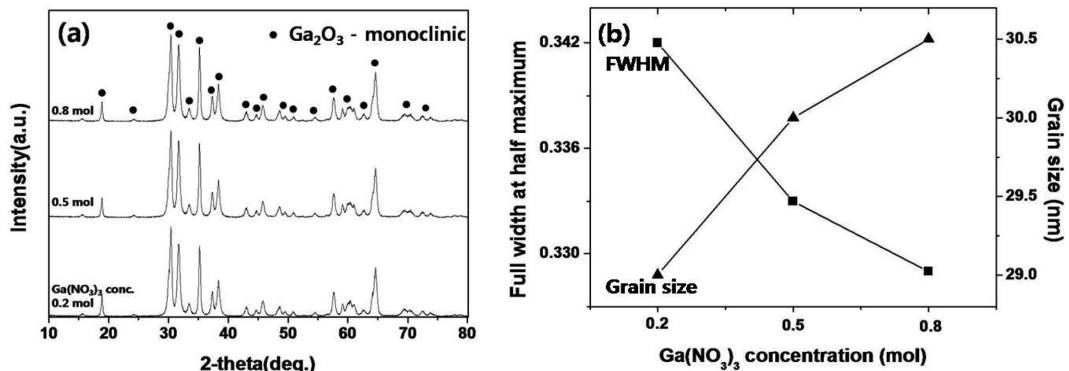


Fig. 3. (a) XRD patterns of  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  powder synthesized with 0.2, 0.5, 0.8 mol of  $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$  and (b) FWHM values and grain size from XRD peak at  $35.179^\circ$  corresponding to (111) plane of  $\text{Ga}_2\text{O}_3$ .

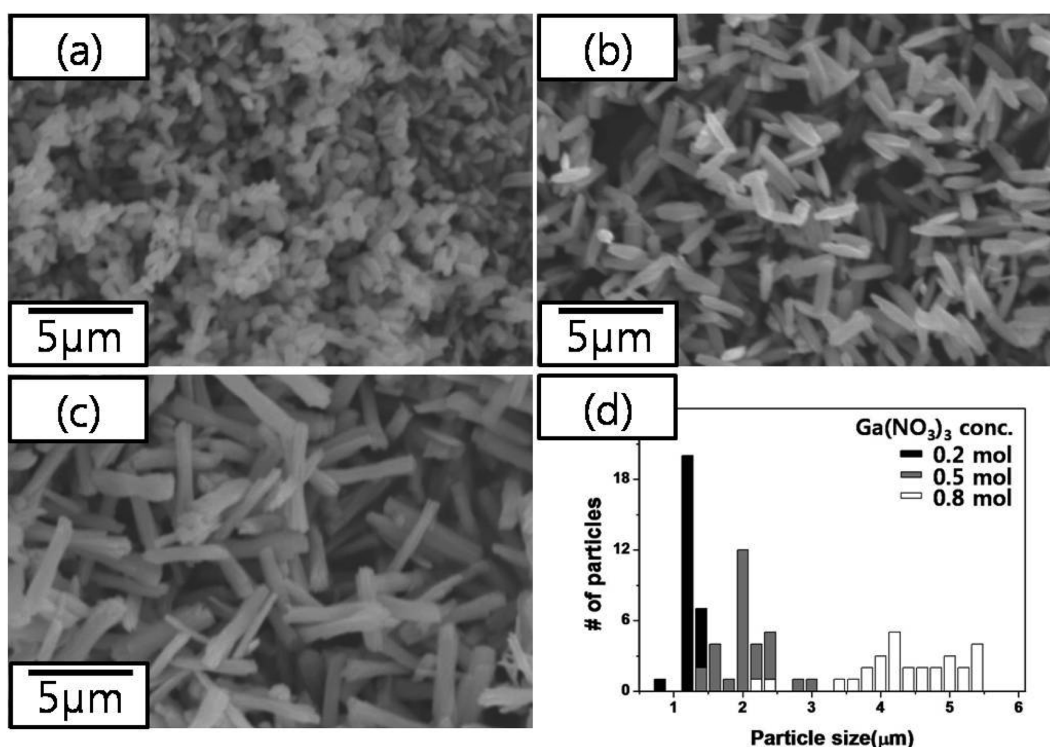


Fig. 4. SEM images of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder synthesized with (a) 0.2 mol, (b) 0.5 mol, (c) 0.8 mol of Ga(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> and (d) particle size distributions.

크기와 그 분포를 확인한 결과 Ga(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 용액의 농도가 증가할수록 입자의 크기가 증가할 뿐만 아니라 입도 분포도 넓어지는 것을 확인할 수 있었다.

### 3.3. Aging 시간에 따른 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자의 특성 분석

Ga(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 용액의 농도 변화에 따른 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말의 입도 분석 결과 가장 작은 입도 분포를 나타내는 0.2 mol의 Ga(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 용액을 이용하여 aging 조건 변화가 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말의 특성에 미치는 영향을 알아보았다. Fig. 5(a)는 0.2 mol의 Ga(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 용액을 이용하여 pH 8에서 침전을

시킨 후, 80°C에서 각각 2, 12, 24시간 동안 aging하여 얻은 Ga(OH)<sub>3</sub> 분말을 열처리 하여 얻은 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말의 XRD 분석 결과이다. 얻어진 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말은 모두 monoclinic 결정구조를 나타내고 있으며, aging 시간이 12시간에서 24시간으로 증가하자 intensity가 가장 강한 피크가 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 (111)면에 해당하는 피크(35.179°)에서 (401)면에 해당하는 피크(30.484°)로 바뀌는 것을 확인하였다. 합성된 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말의 결정성 변화를 확인하기 위해 (111)면에 해당하는 피크(35.179°)의 반가폭 값을 측정하였으며, grain size를 계산하여 Fig. 5(b)에 나타내었다. aging 시간이 2시간에서 24시간으로 증가함에 따라 반가폭 값이

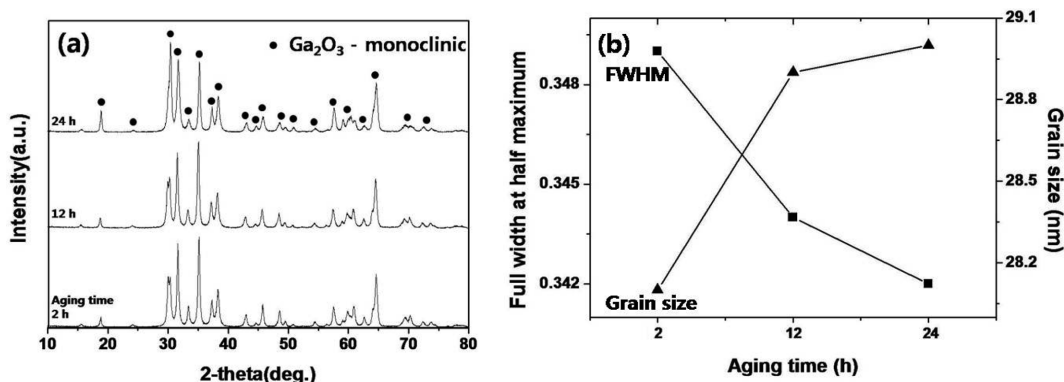


Fig. 5. (a) XRD patterns of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder aged at 80°C for 2, 12, 24 h and (b) FWHM values and grain size from XRD peak at 35.179° corresponding to (111) plane of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

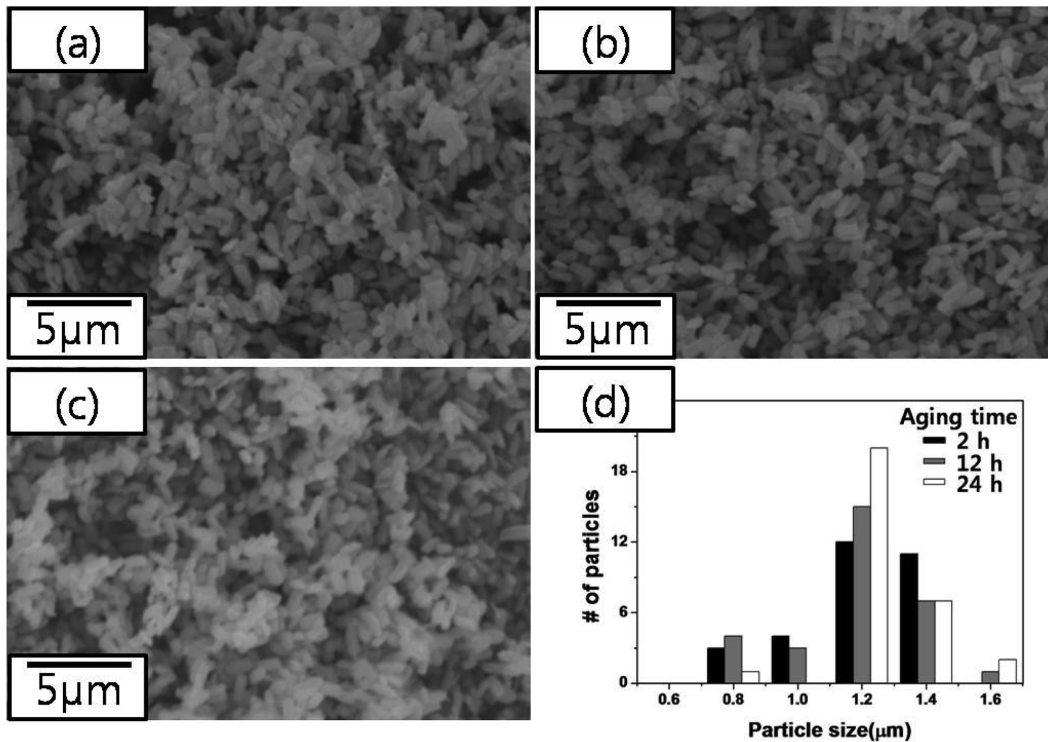


Fig. 6. SEM images of  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  powder aged at  $80^\circ\text{C}$  for (a) 2 h, (b) 12 h, (c) 24 h and (d) particle size distributions.

0.349에서 0.342로 감소하여 결정성이 증가하는 것을 볼 수 있었으며, grain size는 28.2 nm에서 29 nm으로 증가하였다. 위의 결과에서 aging 시간이 증가하면서 intensity가 가장 강한 피크가 바뀌는 것은  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  입자가 (401)면으로 성장하면서 결정구조가 더 안정화되기 때문으로 판단된다.

다음은 합성된  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 미세구조 변화를 SEM을 이용하여 분석하였다. Fig. 6(a)~(c)는 aging 시간에 따른  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 SEM 사진이다. 모든 조건의  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말에서 타원모양의 약  $1\ \mu\text{m}$  크기를 가진 입자가 관찰되었다.  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  입자의 입도 분포 및 평균 입자 크기를 Fig. 6(d)에 나타내었다. 2시간 aging한  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 경우  $0.6\sim 1.4\ \mu\text{m}$ 의 분포를 보였으며, 그 평균 크기는  $1.114\ \mu\text{m}$ 로 측정되었으며, 12시간 aging한  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 경우  $0.6\sim 1.6\ \mu\text{m}$ 의 분포를 보였으며, 그 평균 크기는  $1.121\ \mu\text{m}$ 로 측정되었다. 그리고 24시간 aging한  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 경우  $0.6\sim 1.6\ \mu\text{m}$ 의 분포를 보였으며, 그 평균 크기는  $1.164\ \mu\text{m}$ 로 측정되었다. 따라서 aging 시간에 따른 입자의 크기와 그 분포를 확인한 결과 aging 시간이 증가할수록 입자의 크기가 다소 증가하는 것을 확인할 수 있었으나 그 차이는 매우 작으며 입도 분포도 거의 동일한 것으로 확인되었다.

### 3.4. Aging 온도에 따른 $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 입자의 특성 분석

Aging 온도에 따른  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 특성을 분석하기 위

해 0.2 mol의  $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3$  용액을 이용하여 pH 8에서 침전을 시킨 후, 각각 25, 40,  $80^\circ\text{C}$ 에서 2시간 동안 aging하여 얻은  $\text{Ga}(\text{OH})_3$  분말을 열처리 하여  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말을 합성하였다. Fig. 7(a)는 aging 온도에 따른  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 XRD 분석 결과로 얻어진  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말은 모두 monoclinic 결정 구조로 확인되었다.  $35.179^\circ$ 에 나타나는  $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 의 (111)면에 해당하는 피크의 intensity가 가장 강하게 확인되었으며 반가폭 값과 grain size를 측정하여 Fig. 7(b)에 나타내었다. aging 온도가  $25^\circ\text{C}$ 에서  $80^\circ\text{C}$ 로 증가함에 따라 0.355에서 0.349로 감소하여  $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 의 결정성이 증가하였으며, grain size는 27.6 nm에서 28.2 nm로 커지는 것을 볼 수 있었다.

Fig. 8(a)~(c)는 aging 온도에 따른  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 SEM 사진이다.  $25^\circ\text{C}$ 에서 aging한  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 경우 구형에 가까운 입자의 형상을 가지고 있었으며, 그 크기는 약  $1\ \mu\text{m}$  이하인 것으로 관찰되었고, 40,  $80^\circ\text{C}$ 에서 aging한  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말의 경우 타원모양의 약  $1\ \mu\text{m}$  크기를 가진 입자가 관찰되었다. Fig. 8(d)에서 입도 분포 및 평균 입자 크기를 분석한 결과 aging 온도에 관계없이 모든  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  분말은 약  $0.8\sim 1.4\ \mu\text{m}$ 의 입도 분포를 보였다.  $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 의 평균 크기는  $25^\circ\text{C}$ 에서 aging 했을 경우  $0.937\ \mu\text{m}$ 로 측정되었으며,  $40^\circ\text{C}$ 에서 aging한  $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 의 경우  $1.069\ \mu\text{m}$ ,  $80^\circ\text{C}$ 에서 aging한  $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 의 경우  $1.114\ \mu\text{m}$ 로 측정되어 aging 온도가 증가할수록 입도 분포는 동일하나 평균 입자 크기가 다소 증가하는 것을 확인할 수 있었다.

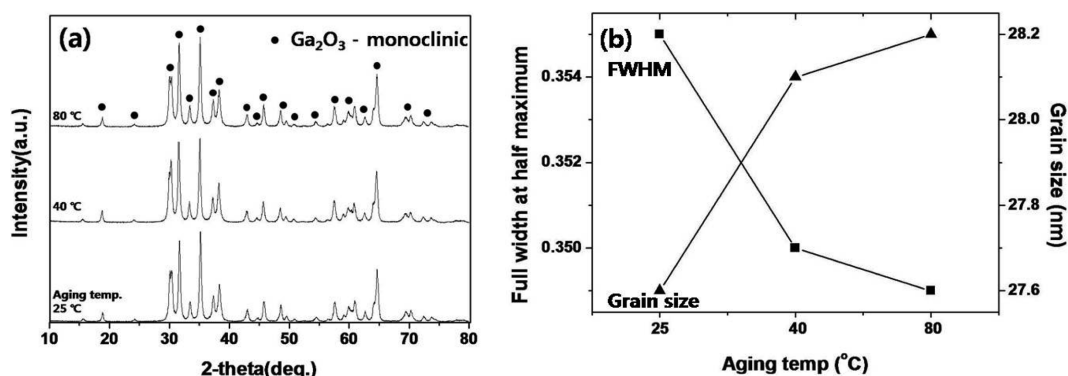


Fig. 7. XRD patterns of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder aged for 2 h at 25, 40, 80°C and (b) FWHM values and grain size from XRD peak at 35.179° corresponding to (111) plane of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

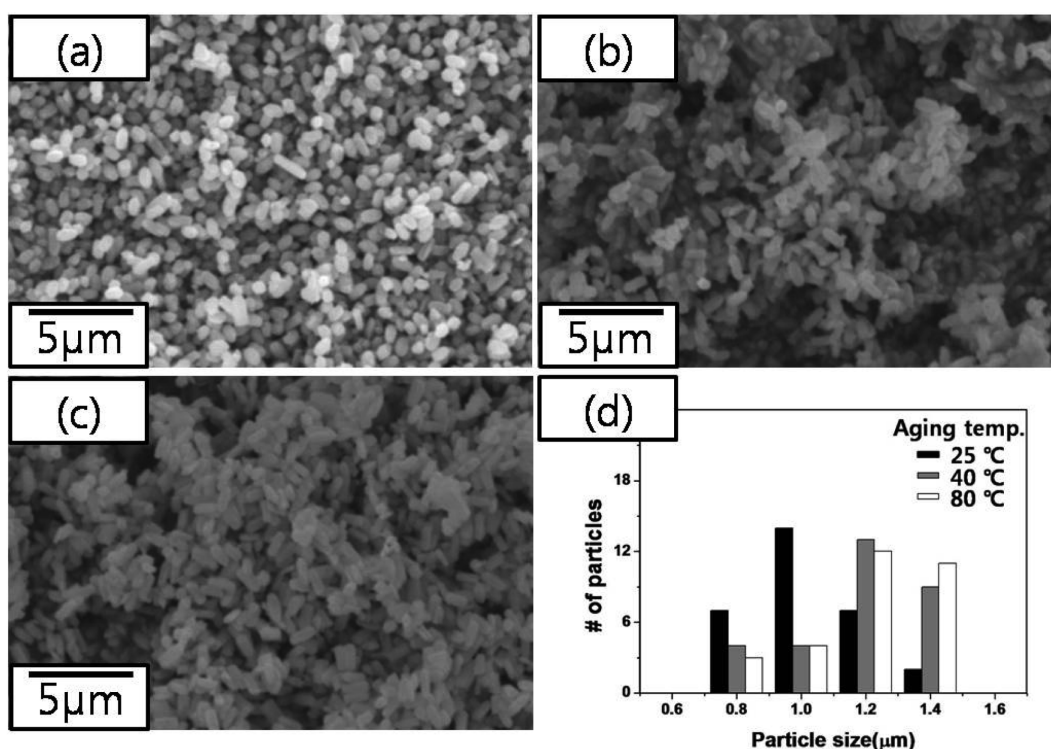


Fig. 8. SEM images of Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder aged for 2 h at (a) 25°C, (b) 40°C, (c) 80°C and (d) particle size distributions.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 침전법을 이용하여 Ga 금속으로부터 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말을 합성하였다. TG-DSC 분석을 통해 Ga(OH)<sub>3</sub>가 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>로 산화되는 온도구간은 300~400°C 사이임을 확인하였고, α상에서 β상으로 상전이가 일어나는 온도는 740°C 부근임을 확인하였다. Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말을 합성한 후 XRD 분석을 통해 결정구조를 관찰하였는데 β상인 monoclinic의 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 생성된 것으로 관찰되었고 Ga(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>의 농도, aging 시간 및 온도가 증가할수록 결정성이 향상되는 결과를 보였다. 합성한 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말의 SEM 분석 결과 Ga(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 용액의 농도가 낮아질수록, aging 시

간 및 온도가 감소할수록 분말의 크기는 작아졌다. 0.2 mol의 Ga(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 용액을 이용하여 침전시킨 후 25°C에서 2시간 동안 aging한 Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말이 가장 작은 입자 크기를 보였으며, 그 평균 크기는 0.936 μm로 측정되었다.

#### 감사의 글

본 연구는 2013년도 지식경제부의 재원으로 한국에너지 기술평가원(KETEP)의 지원을 받아 수행한 연구 과제입니다(20125020100010).

## 참 고 문 헌

- [ 1 ] J.K. Jeong, "Next-generation displays for oxide TFT technology development trend", KIEE 23 (2010) 24.
- [ 2 ] S.K. Park, M.S. Oh and Y.H. Kim, "Oxide TFT technology trend of large-area display for a solution process", KIEE 25 (2012) 12.
- [ 3 ] H.J. Kim and B.S. Bea, "LCD TFT technology and recent trend", Phys. High Technol. 17 (2008) 10.
- [ 4 ] K. Nomura, H. Ohta, A. Takagi, T. Kamiya, M. Hirano and H. Hosono, "Room-temperature fabrication of transparent flexible thin-film transistors using amorphous oxide semiconductors", Nature 432 (2004) 488.
- [ 5 ] H. Hosono, "Ionic amorphous oxide semiconductors: Material design, carrier transport, and device application", J. Non-Cryst. Solids 352 (2006) 851.
- [ 6 ] J.I. Jeong and J.H. Yang, "Optimization of coating conditions and room temperature deposition of ITO film using magnetron sputtering", RIST 22 (2008) 222.
- [ 7 ] C.C. Lo and T.E. Hsieh, "Preparation of IGZO sputtering target and its applications to thin-film transistor devices", Ceram. Int. 38 (2012) 3977.
- [ 8 ] H.K. Park, "The research and development trend of cathode materials in lithium ion battery", J. Korean Electrochem. Soc. 11 (2008) 197.
- [ 9 ] K.M. Ok, K.L. Kim, T.W. Kim, D.H. Kim, H.D. Park, Y.M. Sung, H.C. Park and S.Y. Yoon, "Preparation and characterization of  $\text{La}_{0.8}\text{Sr}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{Mg}_{0.1}\text{Co}_{0.1}\text{O}_{3-\delta}$  electrolyte using glycine-nitrate process", J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol. 23 (2013) 37.
- [10] T.W. Kim, D.H. Kim, H.H. Jin, H.S. Lee, H.C. Park and S.Y. Yoon, "Bioactivity behavior of biphasic calcium phosphate powders prepared by co-precipitation method", J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol. 22 (2012) 99.
- [11] S.N. Choi and B.H. Lee, "Synthesis of the  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-CoO-Cr}_2\text{O}_3\text{-MnO}_2$  pigments by co-precipitation method", J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol. 17 (2007) 264.
- [12] K.C. Song, J.H. Kim and J.S. Sung, "Preparation of  $\text{SnO}_2$  powders by the precipitation method", J. Korean Inst. Chem. Eng. 35 (1997) 457.
- [13] X. Liu, G. Qiu, Y. Zhao, N. Zhang and R. Yi, "Gallium oxide nanorods by the conversion of gallium oxide hydroxide nanorods", J. Alloys Compd. 439 (2007) 275.
- [14] L. Li, W. Wei and M. Behrens, "Synthesis and characterization of  $\alpha$ -,  $\beta$ -, and  $\gamma$ - $\text{Ga}_2\text{O}_3$  prepared from aqueous solutions by controlled precipitation", Solid State Sci. 14 (2012) 971.