

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)(11) 공개번호 10-2023-0164860
(43) 공개일자 2023년12월05일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

G01N 27/12 (2006.01) A61B 5/08 (2006.01)
C01G 39/06 (2006.01) G01N 33/00 (2006.01)
G01N 33/497 (2006.01)

(52) CPC특허분류

G01N 27/12 (2013.01)
A61B 5/0803 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2022-0064528

(22) 출원일자 2022년05월26일

심사청구일자 2022년05월26일

(71) 출원인

조선대학교산학협력단
광주광역시 동구 필문대로 309 (서석동)

(72) 발명자

권민기
광주광역시 북구 첨단연신로 217 (신용동, 첨단2
지구중흥에스클레스)

홍광식

광주광역시 서구 동천로18번길 15 (동천동)
(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인 남앤남

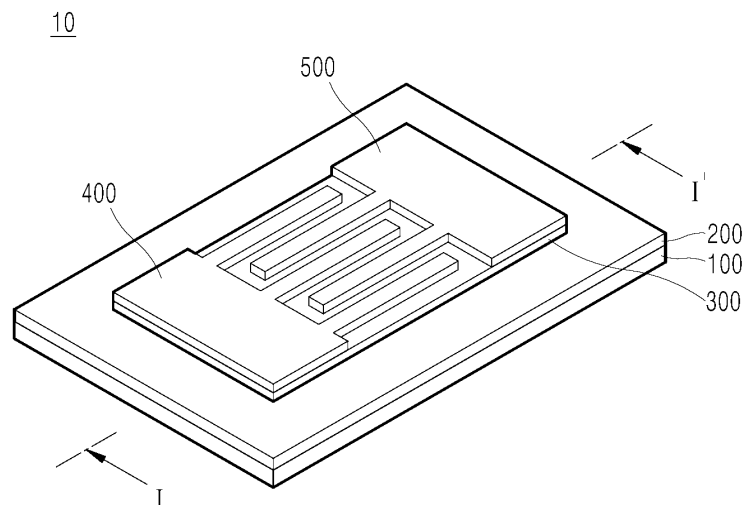
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS₂)을 포함하는 전자 소자

(57) 요약

본 발명의 전자 소자는 게이트 전극; 상기 게이트 전극 상에 배치되는 게이트 절연층; 상기 게이트 절연층 상에 배치되고 서로 이격되어 위치하는 제1 전극 및 제2 전극; 및 상기 제1 전극 및 제2 전극의 하부에 배치되는 액티브층을 포함하고, 상기 액티브층은 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS₂)을 포함하는 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C01G 39/06 (2013.01)
G01N 33/0004 (2013.01)
G01N 33/497 (2019.01)
C01P 2002/72 (2013.01)
C01P 2002/82 (2013.01)

안태정

광주광역시 남구 회재로 211 (지석동, 지석동 한일 베라체 아파트)

(72) 발명자

김현승

광주광역시 서구 상무공원로 35 (치평동, 상무1차 우미아파트)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1345349918
과제번호	2016R1D1A1B01013847
부처명	교육부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	개인기초연구(교육부)
연구과제명	가상현실 구현 디스플레이를 위한 초고속 초소형 LED 연구
기 여 율	1/3
과제수행기관명	조선대학교 산학협력단
연구기간	2016.06.01 ~ 2022.05.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1425166392
과제번호	S3270844
부처명	중소벤처기업부
과제관리(전문)기관명	중소기업기술정보진흥원
연구사업명	지역주력산업육성
연구과제명	고 기능성 치과용 임플란트 표면개질기술 및 소재 개발
기 여 율	1/3
과제수행기관명	비피시(주)
연구기간	2022.04.01 ~ 2023.12.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1425164073
과제번호	S3252097
부처명	중소벤처기업부
과제관리(전문)기관명	중소기업기술정보진흥원
연구사업명	산학연CollaboR&D
연구과제명	스마트팜에 적용하기 위한 분산형 고민감도 광기반 환경센서 기술개발
기 여 율	1/3
과제수행기관명	주식회사 아원기술
연구기간	2022.05.01 ~ 2022.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

게이트 전극;
상기 게이트 전극 상에 배치되는 게이트 절연층;
상기 게이트 절연층 상에 배치되고 서로 이격되어 위치하는 제1 전극 및 제2 전극; 및
상기 제1 전극 및 제2 전극의 하부에 배치되는 액티브층을 포함하고,
상기 액티브층은 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)을 포함하는 것을 특징으로 하는 전자 소자.

청구항 2

제1항에 있어서,
상기 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)은,
결정 격자 중 황(S) 원소 자리의 일부가 산소(O) 원소로 치환된 것을 특징으로 하는, 전자 소자.

청구항 3

제1항에 있어서,
상기 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)은,
X-선 분말 회절 스펙트럼 피크가 회절각 2θ 에서 14° , 29° , 44° 및 $60 \pm 0.2^\circ$ 의 주요 피크를 포함하는 것을 특징으로 하는, 전자 소자.

청구항 4

상기 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)은,
라만 스펙트럼 피크가 위치 380 및 404 cm^{-1} , $\pm 2 \text{ cm}^{-1}$ 에서 유의한 피크를 갖는 것을 특징으로 하는, 전자 소자.

청구항 5

제1항에 있어서,
상기 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)은,
1T 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)으로부터 상변화된 것을 특징으로 하는, 전자 소자.

청구항 6

제1항에 있어서,
상기 전자 소자는 TFT(Thin film transistor)를 기반으로 하는 호흡 센서, 수분 센서 및 가스 센서 중 적어도 어느 하나인 것을 특징으로 하는, 전자 소자.

청구항 7

제1항에 있어서,
상기 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)은 Nb, Co, Ni, Au, N 및 Re로 이루어진 군에서 선택된 적어도 어느

하나의 불순물을 포함하는 것을 특징으로 하는 전자 소자.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)을 포함하는 전자 소자에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 최근 코로나 19로 불리는 감염병이 확산되고 있다. 코로나 바이러스에 의한 감염 증상은 일반적으로 열, 기침, 호흡곤란 등이 있다. 특히 위중증 환자의 경우 갑자기 증세가 악화되어 사망하는 경우도 있어 지속적으로 추적 관리가 필요하다. 코로나 19와 같은 바이러스성 하기도 감염에서 바이러스는 숙주 세포를 찾아 기도로 이동하게 되고 이때 폐의 정상 세포들을 감염시켜 파괴하므로 사망 원인 중 가장 큰 문제는 호흡 곤란이다. 따라서 사망 등 호흡기에 의한 중증 이완을 억제하기 위해서는 이를 미리 진단하고 예측하는 시스템 개발이 필수적이다.

[0003] 일반적으로 성인의 정상적인 호흡수는 분당 약 12~20회이다. 보다 높은 25회, 12회 이하인 분당 호흡수는 질병의 증상으로 파악될 수 있다. 정상적인 호흡수 주파수 범위는 0.1~0.5Hz 이다.

[0004] 호흡을 측정하기 위해서는 흉부의 팽창을 감지하는 압전 센서, 호흡의 기류를 감지하는 flow 센서, 공기의 움직임을 관찰하는 초음파 센서등이 활용되고 있다. 하지만 착용이 불편하고 휴대성이 어렵고 낮은 반응성, 높은 노이즈로 인해 코로나 바이러스 침투에 의한 미세한 자극에 의한 호흡 변화를 예측하는데는 한계가 있고 개인이 보유하기엔 고가인 문제가 있다.

[0005] 따라서 빠른 반응성, 휴대성, 높은 민감도, 저전력의 센서의 개발이 필요한 실정이다. 이를 위해 다양한 나노박막 및 측정 원리를 이용하여 연구가 진행되고 있다. 하지만 호흡을 측정할 수 있는 성능을 가진 센서를 얻는데는 실패하고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 따라서 본 발명의 목적은 상술한 문제를 해결하기 위한 것으로, 고품질의 MoS_2 를 이용하여 수분에 대한 반응성 및 호흡 반응성이 우수한 전자 소자를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0007] 상기와 같은 본 발명의 목적을 달성하기 위해서,

[0008] 본 발명의 전자 소자는 게이트 전극; 상기 게이트 전극 상에 배치되는 게이트 절연층; 상기 게이트 절연층 상에 배치되고 서로 이격되어 위치하는 제1 전극 및 제2 전극; 및 상기 제1 전극 및 제2 전극의 하부에 배치되는 액티브층을 포함하고, 상기 액티브층은 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)을 포함하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0009] 본 발명은 새로운 구조의 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)을 제조하였고, 이의 수분 반응성 및 호흡 반응성이 우수함을 확인하였다. 따라서 박막의 결정성이 수분 흡/탈착에 중요한 원인임을 확인하였고, 수분 센서, 호흡 센서 또는 가스 센서로의 응용 가능성을 검증하였다.

[0010] 본 발명의 수분 센서 또는 호흡 센서는 빠른 응답 및 회복 시간을 확보할 수 있다. 본 발명의 수분 센서 또는 호흡 센서는 종래에 알려진 센서의 반응성에 비해 초고속 응답을 나타낸다. 또한, 제작된 센서는 유연하고 간편한 특징을 가지고 있어 병원뿐만 아니라 일반 사람들도 일상적으로 측정할 수 있는 차세대 u-Health 분야의 웨어러블 호흡 센서로 적용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0011] 도 1은 본 발명의 전자 소자의 사시도이다.

도 2는 도 1의 I-I '를 따라 절단한 단면도이다.

도 3은 본 발명의 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)의 구조를 설명하기 위한 도면이다.

도 4는 본 발명의 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)의 XRD 측정 결과이다.

도 5는 본 발명의 전자 소자를 제조하는 과정에 관한 도면이다.

도 6은 급속 열처리 온도에 따른 라만 스펙트럼이다.

도 7은 급속 열처리 조건에 따른 XPS 측정 결과이다.

도 8은 본 발명의 일 실시예에 따른 수분 센서의 제조 방법을 도시한 모식도이다.

도 9는 수분 센서의 수분반응성 테스트를 진행한 결과이다.

도 10은 본 발명의 수분 센서 및 상용 센서의 수분반응성 및 수분 변화를 테스트한 결과이다.

도 11 및 12는 본 발명의 수분 센서의 호흡반응성을 테스트한 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0012] 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)을 포함하는 전자 소자

[0013] 도 1 및 도 2를 참조하면, 본 발명의 실시예에 따른 전자 소자(10)는 게이트 전극(100), 절연층(200), 액티브층(300), 제1 전극(400) 및 제2 전극(500)을 포함할 수 있다.

[0014] 게이트 전극(100)은 예를 들면, 실리콘(Si) 웨이퍼가 게이트 전극(100)으로 사용될 수 있다. 구체적으로, 고농도 도핑 p형 실리콘 웨이퍼가 게이트 전극(100)으로 사용될 수 있다.

[0015] 절연층(200)은 게이트 전극(100)의 전면에 배치될 수 있다. 절연층(200)은 산화실리콘(SiO_2)을 포함할 수 있다.

[0016] 액티브층(300)은 절연층(200) 상에 배치될 수 있다. 액티브층(300)은 2H 상을 갖는 전이금속 칼코겐화합물을 포함할 수 있다. 구체적으로, 액티브층(300)은 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)을 포함할 수 있다.

[0017] 도 3을 참고하면, 본 발명의 다양한 실시예에 따른 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)은, 결정 격자 중 황(S) 원소 자리의 일부가 산소(O) 원소로 치환된 것을 특징으로 한다.

[0018] 도 4를 참고하면, 본 발명의 다양한 실시예에 따른 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)은, X-선 분말 회절 스펙트럼 피크가 회절각 2θ 에서 $14, 29, 44$ 및 $60 \pm 0.2^\circ$ 의 주요 피크를 포함할 수 있다.

[0019] 본 발명의 다양한 실시예에 따른 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)은, 라만 스펙트럼 피크가 위치 380 및 404 cm^{-1} , $\pm 2 \text{ cm}^{-1}$ 에서 유의한 피크를 갖는 것을 특징으로 한다.

[0020] 이와 같이, 본 발명에 따른 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)은 1T 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)으로부터 상변화된 것을 특징으로 한다. 본 발명의 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)은 기존의 2H 상의 이황화몰리브덴과는 특성 차이가 있다.

[0021] 본 발명에 따른 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)은 표면적이 넓어 수분과 흡착이 쉽다. 또한, 밴드갭이 큰 GaN, Pervoskites 등에 비해 낮은 저항률 구동이 가능하다. 또한, 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)은 낮은 결합에너지로 인해 edge에서 쉽게 산소/수소와 반응하고 흡착이 가능하다. 또한 S가 O과 같은 극성을 갖기 때문에 수분이 차단되게 되면 반발력에 의해서 탈착이 쉽게 되는 특징이 있다. 따라서, 수분반응성 또는 호흡반응성에 있어서 빠른 응답 및 회복 속도를 확보할 수 있다.

[0022] 또한 2H 구조의 MoS_2 의 전기적 특성 변화를 위해서 p형 도펀트인 Nb, Co, 및 Ni 중 적어도 어느 하나의 불순물을 포함할 수 있다. 또는, n형 도펀트인 N, Au 및 Re 중 적어도 어느 하나의 불순물을 포함할 수 있다. 이를 통해 p형 MoS_2 또는 n형 MoS_2 를 구현할 수 있다. 또한, 이를 이용하여 p/n 접합, p/n/p, 또는 n/p/n의 조합 또한 가능하다.

- [0023] 한편, 제1 전극(400) 및 제2 전극(500)은 액티브층(300) 상에 서로 이격되어 배치될 수 있다. 제1 전극(400) 및 제2 전극(500)은 각각, 액티브층(300)에 전기적으로 연결되도록 배치될 수 있다. 제1 전극(400) 및 제2 전극(500) 중 어느 하나는 소스 전극이고 다른 하나는 드레인 전극일 수 있다.
- [0024] 예를 들면, 제1 전극(400)은 소스 전극이고, 제1 전극(400)의 적어도 일부분이 액티브층(300)과 전기적으로 연결될 수 있다. 이와 유사하게, 제2 전극(500)이 드레인 전극이고, 제2 전극(500)의 적어도 일부분이 액티브층(300)과 전기적으로 연결될 수 있다. 즉, 액티브층(300)의 일 측면에 소스 전극의 일부분이 접촉되고, 액티브층(300)의 상기 일 측면과 대향하는 액티브층(300)의 타 측면에 드레인 전극의 일부분이 접촉될 수 있다.
- [0025] 제1 전극(400) 및 제2 전극(500)은 단일층 구조 또는 다층 구조를 가질 수 있다. 예를 들어, 제1 전극(400) 및 제2 전극(500)은 Ti/Au의 적층된 구조를 가질 수 있다. 다만, 제1 전극(400) 및 제2 전극(500)에 포함되는 물질이 이에 한정되는 것은 아니며, 예를 들어, Al, Ti, Sc, Cr, Cu, Fe, Zn, Pd, Mo, Ag, In, Au, Pt, W 등의 금속을 포함할 수 있다. 또한, 제1 전극(400) 및 제2 전극(500)이 반드시 동일한 물질을 포함할 필요는 없으며, 서로 다른 물질을 포함하거나 서로 다른 적층 구조를 포함할 수도 있다.
- [0026] 본 발명의 전자 소자는 호흡 센서, 수분 센서 및 가스 센서 중 적어도 어느 하나로 사용될 수 있다. 본 발명의 전자 소자는 빠른 응답 및 회복 시간을 확보할 수 있다. 본 발명의 전자 소자는 종래에 알려진 센서의 반응성에 비해 초고속 응답을 나타낸다. 또한, 제작된 센서는 유연하고 간편한 특징을 가지고 있어 병원뿐만 아니라 일반 사람들도 일상적으로 측정할 수 있는 차세대 u-Health 분야의 웨어러블 호흡 센서, 수분 센서 및 가스 센서 중 적어도 어느 하나로 적용될 수 있다.
- [0028] **2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)을 포함하는 전자 소자의 제조 방법**
- [0029] 도 5를 참고하면, 본 발명의 다양한 실시예에 따른 전자 소자의 제조 방법은, 베이스 기판 상에 MoS_2 를 형성하는 단계; 절연층이 형성된 게이트 전극 상에 MoS_2 를 이송하는 단계; 제1 전극 및 제2 전극을 형성하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0030] 베이스 기판(150) 상에 MoS_2 (310)를 형성하는 단계는, 2H 상을 갖는 MoS_2 를 제조하는 단계; 및 베이스 기판(310) 상에 2H 상을 갖는 MoS_2 를 형성하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0031] 2H 상을 갖는 MoS_2 를 제조하는 단계는, Mo 소스 및 S 소스를 혼합하여 수열 합성하는 단계; 상기 수열 합성하는 단계 이후 에너지를 가하여 상변화를 유도하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0032] 이때, Mo 소스는 $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 및 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ 로 이루어진 군에서 선택된 적어도 어느 하나일 수 있다. S 소스는 CH_3CSNH_2 및 티오우레아($\text{CS}(\text{NH}_2)_2$)로 이루어진 군에서 선택된 적어도 어느 하나일 수 있다. 수열 합성은 180 °C 내지 220 °C의 온도에서 진행될 수 있다. 수열 합성하는 단계에서는 1T 상을 갖는 MoS_2 가 합성될 수 있다. 이때, MoS_2 는 57 % 내지 82 %의 1T 상의 MoS_2 를 포함할 수 있다.
- [0033] 다음으로 상변화를 유도하는 단계에서는 수열 합성으로 제조된 1T 결정구조의 MoS_2 에 에너지를 가하여 상변화를 유도할 수 있다. 예를 들면, 상변화를 유도하는 단계에서는 600 °C 이상의 열을 가할 수 있다. 구체적으로, 600 °C 내지 800 °C의 열을 가하면서 급속 열처리(Rapid Thermal Annealing, RTA)를 진행할 수 있다. 그러나, 실시예가 이에 한정되는 것은 아니고, 상변화를 유도하는 단계에서는 레이저 조사, 가열 챔버 내에서의 가열, 고속 이온 빔 조사, 플라즈마 조사 및 전자빔 조사로 이루어진 군에서 선택된 적어도 어느 하나의 공정이 수행될 수 있다. 이러한 에너지를 가하는 공정을 통해, 1T 구조 MoS_2 의 Sulfur vacancy 및 결함(defect)을 줄일 수 있다.
- [0034] 한편, 상변화를 유도하는 단계에서는, O_2 가스 및 N_2 가스 중 적어도 어느 하나의 가스를 포함하는 분위기에서 진행될 수 있다. 구체적으로, 상변화를 유도하는 단계에서는, O_2 가스만 공급하거나, 또는 N_2 가스만 공급하거나, 또는 O_2 가스 및 N_2 가스 모두 공급하면서 에너지를 가할 수 있다. 예를 들면, 상변화를 유도하는 단계가 O_2 가스 분위기에서 진행할 경우, 결정 격자 중 황(S) 원소 자리의 일부가 산소(O) 원소로 치환된 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)이 제조될 수 있다.

- [0035] 베이스 기판(150) 상에 2H 결정구조를 갖는 MoS_2 (310)를 형성할 수 있다. 예를 들면, 스포이드를 이용하여 베이스 기판(150) 상에 2H 결정구조를 갖는 MoS_2 (310)를 도포할 수 있다. 한편, 베이스 기판(150)은 예를 들면 사파이어 기판일 수 있다.
- [0036] 다음으로, 절연층(200)이 형성된 게이트 전극(100) 상에 MoS_2 (150)를 이송하는 단계에서는, 습식 이송(Transfer) 기술을 기반으로 베이스 기판(150) 상에 형성된 MoS_2 (310)를 절연층(200)이 형성된 게이트 전극(100) 상에 이송할 수 있다.
- [0037] 구체적으로, 하기와 같은 공정을 통해 MoS_2 (310)를 절연층(200)이 형성된 게이트 전극(100) 상에 이송할 수 있다. 베이스 기판(150) 상에 형성된 MoS_2 (310)을 PET 필름에 붙이고 Spin coater 장비를 이용하여 PMMA A4 용액을 3000 rpm에서 60초 동안 회전시켜 증착시킨다. 그 후 PET 필름에서 베이스 기판(150)을 떼어내고 BOE 용액에 띄워놓으면 PMMA/ MoS_2 필름과 베이스 기판(150) 사이로 용액이 침투하면서 베이스 기판(150)은 가라앉게 되고 PMMA/ MoS_2 는 BOE 용액의 수면 위에 남는다. BOE에 의한 영향이 있을 수 있으므로 PMMA/ MoS_2 를 DI water에 10분씩 3번 옮겨 띄워놓아 세척한다. 이후 PMMA/ MoS_2 를 절연층(200)이 형성된 게이트 전극(100) 기판에 옮겨 MoS_2 와 기판이 접촉되기 위해 상온에서 완벽히 건조한다. PMMA를 제거해 주기 위해 Hotplate/Stirrer 장비를 이용해서 아세톤을 5분 동안 500 rpm으로 제거해 주고 마지막으로 IPA 용액에서 동일하게 5분 동안 500 rpm으로 Stirring 해주고 전사 과정을 마친다.
- [0038] 다음으로, 제1 전극 및 제2 전극을 형성하는 단계는, MoS_2 (300) 상에 리소그래피 방법으로 전극 물질을 패터닝하여 진행할 수 있다.

[0040] 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)의 제조 방법

- [0041] 본 발명의 다양한 실시예는 2H 상을 갖는 MoS_2 를 제조하는 방법에 관한 것이다. 2H 상을 갖는 MoS_2 를 제조하는 방법은 Mo 소스 및 S 소스를 혼합하여 수열 합성하는 단계; 상기 수열 합성하는 단계 이후 에너지를 가하여 상변화를 유도하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0042] 이때, Mo 소스는 $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 및 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ 로 이루어진 군에서 선택된 적어도 어느 하나일 수 있다. S 소스는 CH_3CSNH_2 및 티오우레아($\text{CS}(\text{NH}_2)_2$)로 이루어진 군에서 선택된 적어도 어느 하나일 수 있다. 수열 합성은 180 ℃ 내지 220 ℃의 온도에서 진행될 수 있다. 수열 합성하는 단계에서는 1T 상을 갖는 MoS_2 가 합성될 수 있다. 이때, MoS_2 는 57 % 내지 82 %의 1T 상의 MoS_2 를 포함할 수 있다.
- [0043] 다음으로 상변화를 유도하는 단계에서는 수열 합성으로 제조된 1T 결정구조의 MoS_2 에 에너지를 가하여 상변화를 유도할 수 있다. 예를 들면, 상변화를 유도하는 단계에서는 600 ℃ 이상의 열을 가할 수 있다. 구체적으로, 600 ℃ 내지 800 ℃의 열을 가하면서 급속 열처리(Rapid Thermal Annealing, RTA)를 진행할 수 있다. 그러나, 실시예가 이에 한정되는 것은 아니고, 상변화를 유도하는 단계에서는 레이저 조사, 가열 챔버 내에서의 가열, 고속 이온 빔 조사, 플라즈마 조사 및 전자빔 조사로 이루어진 군에서 선택된 적어도 어느 하나의 공정이 수행될 수 있다.
- [0044] 한편, 상변화를 유도하는 단계에서는, O_2 가스 및 N_2 가스 중 적어도 어느 하나의 가스를 포함하는 분위기에서 진행될 수 있다. 구체적으로, 상변화를 유도하는 단계에서는, O_2 가스만 공급하거나, 또는 N_2 가스만 공급하거나, 또는 O_2 가스 및 N_2 가스 모두 공급하면서 에너지를 가할 수 있다.
- [0045] 이러한 제조 방법을 통해, 2H 결정구조를 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)을 제조할 수 있다. 본 발명의 제조 방법을 통해 2H 결정구조를 갖는 이황화몰리브덴(MoS_2)을 간단한 방법으로 대량 생산할 수 있다.
- [0046] 본 발명의 제조 방법에 따라 제조된 MoS_2 는 결정 격자 중 황(S) 원소 자리의 일부가 산소(O) 원소로 치환된 것을 특징으로 한다. 또한, 본 발명의 제조 방법에 따라 제조된 MoS_2 은, X-선 분말 회절 스펙트럼 피크가 회절각 2θ 에서 14, 29, 44 및 $60 \pm 0.2^\circ$ 의 주요 피크를 포함할 수 있다. 또한, 본 발명의 제조 방법에 따라 제조된

MoS₂은, 라만 스펙트럼 피크가 위치 380 및 404 cm⁻¹, ± 2 cm⁻¹에서 유의한 피크를 갖는 것을 특징으로 한다.

[0047] 또한 2H 구조의 MoS₂의 전기적 특성 변화를 위해서 p형 도펀트인 Nb, Co, 및 Ni 중 적어도 어느 하나의 불순물을 포함할 수 있다. 또는, n형 도펀트인 N, Au 및 Re 중 적어도 어느 하나의 불순물을 포함할 수 있다. 이를 통해 p형 MoS₂ 또는 n형 MoS₂를 구현할 수 있다. 또는, p/n 접합, p/n/p, n/p/n 트랜지스터의 조합 또한 가능하다.

[0049] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 보다 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위한 것으로, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 한정되는 것은 아니다.

[0051] <실시예 1>

[0052] 2H 상을 갖는 이황화몰리브덴(MoS₂)의 제조

[0053] Na₂MoO₄ · 2H₂O 0.15g과 CH₃CSNH₂ 0.6g을 먼저 50mL의 DI water에 용해한 다음 수열 합성 반응기에 200℃의 온도로 24시간 동안 수열 처리하여 MoS₂를 합성시켰다. 그 후 원심분리기를 이용하여 MoS₂ 침전물을 용액과 분리하고 교반된 용액은 제거하였다. MoS₂ 침전물을 세척하여 사용하기 위해 아세톤을 섞었고 다시 원심분리기를 이용해 4000 rpm으로 20분간 분리한 뒤 아세톤은 버리고 MoS₂ 침전물과 DI water를 섞어서 사용했다. 그 결과 대부분 1T 상을 갖는 MoS₂가 합성되었다. 이때, 1T 상을 갖는 MoS₂는 80.1 %의 1T 상을 포함하였다. (이하 “1T@2H”라 한다.)

[0054] 이러한 MoS₂에 800 ℃의 온도로 열을 가하여 산소(O₂)분위기 하에서 급속 열처리(Rapid Thermal Annealing, RTA)를 진행하였고 2H 상으로 상변화를 유도하였다.

[0056] <실험예 1>

[0057] XRD 분석

[0058] 도 4는 상기 실시예 1에서 제조된 2H 상의 MoS₂ 및 1T@2H 상의 MoS₂의 XRD를 분석한 결과이다. 도 4를 참고하면, 2H 상을 갖는 MoS₂은, X-선 분말 회절 스펙트럼 피크가 회절각 2θ에서 14, 29, 44 및 60 ± 0.2°의 주요 피크를 포함하는 것을 알 수 있다. 반면, 1T@2H 상의 MoS₂은 2H 상을 갖는 MoS₂와 주요 피크가 다른 것을 알 수 있다.

[0060] 라만 스펙트럼 분석

[0061] 1T 상을 갖는 MoS₂에 급속 열처리(Rapid Thermal Annealing, RTA)를 진행 시, 열처리 온도를 달리하여 상변화를 유도하였고, 열처리 온도에 따른 특성 변화를 분석하였다. 구체적으로, 1T 상을 갖는 MoS₂에 400, 500, 600, 700 및 800 ℃의 온도로 각각 열을 가하여 급속 열처리를 진행하였고 상변화를 유도하였다. 각 샘플에 대해 라만 스펙트럼을 분석하였고 그 결과는 도 6과 같다. 도 6에서, 급속 열처리를 진행하지 않은 샘플은 “Non RTP”, 400, 500, 600, 700 및 800 ℃의 온도로 각각 열을 가하여 급속 열처리를 진행한 샘플은 각각 “RTP 400”, “RTP 500”, “RTP 600”, “RTP 700” 및 “RTP 800”으로 표시하였다.

[0062] 그 결과 도 6을 참고하면, 급속 열처리를 진행하지 않은 샘플(Non RTP), 400 및 500℃의 온도로 급속 열처리를 진행한 샘플들(RTP 400, RTP 500)에서는 라만 스펙트럼 피크의 위치가 195 cm⁻¹, ± 2 cm⁻¹에서 유의한 피크를 갖는 것으로 나타났다. 그러나, 600, 700 및 800 ℃의 온도로 급속 열처리를 진행한 샘플들(RTP 600, RTP 700, RTP 800)에서는 195 cm⁻¹, ± 2 cm⁻¹에서의 피크가 사라진 것을 확인할 수 있다. 즉, 피크의 이동을 확인할 수 있다. 또한, RTP 600, RTP 700, RTP 800의 경우 라만 스펙트럼 피크가 위치 380 및 404 cm⁻¹, ± 2 cm⁻¹에서 유

의한 피크를 갖는 것을 확인하였다. 즉, 600 °C 이상의 온도의 열을 가해질 경우 2H 구조로 변화되는 것을 알 수 있다.

[0064] **XPS 분석**

[0065] 1T 상을 갖는 MoS₂에 급속 열처리(Rapid Thermal Annealing, RTA)를 진행 시, 가스 분위기 및 열처리 온도를 달리하여 상변화를 유도하였고, 이에 따른 특성 변화를 분석하였다. 구체적으로, 산소 분위기 및 400 °C에서 급속 열처리를 진행한 샘플(RTP O₂, 400), 산소 분위기 및 700 °C에서 급속 열처리를 진행한 샘플(RTP O₂, 700), 및 질소 분위기 및 700 °C에서 급속 열처리를 진행한 샘플(RTP N₂, 700)을 각각 준비한 후 XPS 분석을 진행하였다.

[0066] XPS 분석 결과, Molybdenum의 Mo 3d 궤도, Sulfur의 S 2s와 S 2p 궤도를 각각 확인할 수 있다. Mo 3d 궤도에서 Mo 3d_{5/2}와 Mo 3d_{3/2}, 및 S 2p 궤도에서 2p_{3/2}와 2p_{1/2}은 “None RTP” 및 “RTP N₂, 700” 가 유사한 경향성을 보였고, 산소에서 급속 열처리를 진행한 샘플인 “RTP O₂, 400” 및 “RTP O₂, 700” 이 서로 유사한 경향성을 보였다. 이는 산소 분위기에서 급속 열처리 시 황(S) 원소 자리의 일부가 산소(O) 원소로 치환된 결과이다. 또한, 질소 분위기에서 급속 열처리 시 MoS₂의 구조 변화는 없음을 확인할 수 있다.

[0068] **<실시예 2>**

[0069] **수분 센서의 제조**

[0070] 도 8은 본 발명의 일 실시예에 따른 수분 센서의 제조 방법을 도시한 모식도이다. 도 8을 참고하면, 사파이어 기판 상에 실시예 1에 따라 수열 합성법으로 제조된 1T@2H MoS₂를 스포이드를 이용하여 도포하였다. 이후, 800 °C의 온도로 열을 가하여 급속 열처리(Rapid Thermal Annealing, RTA)를 진행하였고 2H 상을 갖는 MoS₂으로 상변화 시켰다. 이때, 산소(O₂) 분위기에서 열처리를 진행하여 상변화 시킨 MoS₂를 포함하는 센서를 “RTP O₂ MoS₂” 하고, 질소(N₂) 분위기에서 열처리를 진행하여 상변화시킨 MoS₂를 포함하는 센서를 “RTP N₂ MoS₂” 한다.

[0071] 다음으로, SiO₂/Si 기판 위에 MoS₂ 박막을 이송시켰다. 이후, Spin Coater 장비로 3000 rpm에서 스핀 코팅하여 MoS₂ 표면에 포토레지스트(PR)를 도포하고 100 °C에서 2분 동안 베이킹한 후 감광제를 Mask aligner 장비를 이용하여 UV-리소그래피로 패터닝하고 Developer 용액으로 PR을 제거했다. 리소그래피 과정이 끝나고 Ti 5 nm 및 Au 50 nm를 E-beam evaporation 장비를 이용하여 증착하였다. 그 후 Acetone용액을 이용하여 PR을 제거하기 위해 Lift-off 과정을 진행하였다. 이 과정을 통해 소스 전극 및 드레인 전극이 증착되었다. 제조된 수분 센서는 도 9와 같다.

[0073] **<실험예 2>**

[0074] **수분반응성 테스트**

[0075] 수분 센서의 수분반응성 테스트를 진행하였다. 한편, 비교를 위해 1T@2H MoS₂를 사용하여 수분 센서(이하 “비교예 “라 함)를 제작하였다. 앞선 실시예 2에 따른 제조 과정에서 1T@2H MoS₂를 열처리하여 상변화시키지 않았다는 점을 제외하고는 동일한 방법으로 제작하였다.

[0076] 상기 비교예의 습도 반응을 확인하였다. 도 10을 참고하면, 20% 정도의 습도 변화를 주었을 때 Current가 증가했고 외부 습기를 차단하였을 때 감소했다. 즉 센서의 전도도는 습도가 증가하는 상태에서 증가하는 것으로 관찰되었다. 이는 수분 흡착 시 표면에 H₂O의 (-) 전자로 인해 표면에 양의 전하가 밀집되어 저항이 낮아지고 표면으로 흐르는 전류가 증가하기 때문이다. 하지만 응답시간은 11.7초, 회복하는 시간은 21.3초로 매우 느린 것을 확인하였다. 이는 수열 합성법으로 합성된 MoS₂는 1T@2H 구조로 물질의 구조적 결함과 Sulfur vacancy에 흡착한 H₂O가 탈착되는 과정에서 어려움이 있는 것으로 보인다.

[0077] 한편, 도 11은 실시예에 따른 수분 센서 및 상용 센서들 간의 수분 반응성 및 수분 변화를 테스트한 결과이다.

도 11의 첫 번째 줄의 첫 번째 그래프는 Bare MoS₂를 이용한 센서의 결과이고, 두 번째 그래프는 급속 열처리 시 산소(O₂) 분위기에서 열처리를 진행하여 상변화 시킨 MoS₂를 포함하는 센서의 결과이고, 세 번째 그래프는 질소(N₂) 분위기에서 열처리를 진행하여 상변화시킨 MoS₂를 포함하는 센서의 결과이다. 한편, 두 번째 줄에 도시된 그래프는 모두 상용 센서들의 습도에 대한 반응을 측정한 결과이다. 이때, 상용 센서로 THA-3001 온습도 센서를 이용하였다.

[0078] 그 결과, 급속 열처리하여 상변화 시킨 MoS₂를 포함하는 센서의 응답 및 회복 속도가 매우 빠른 것을 확인할 수 있다.

[0080] 호흡반응성 테스트

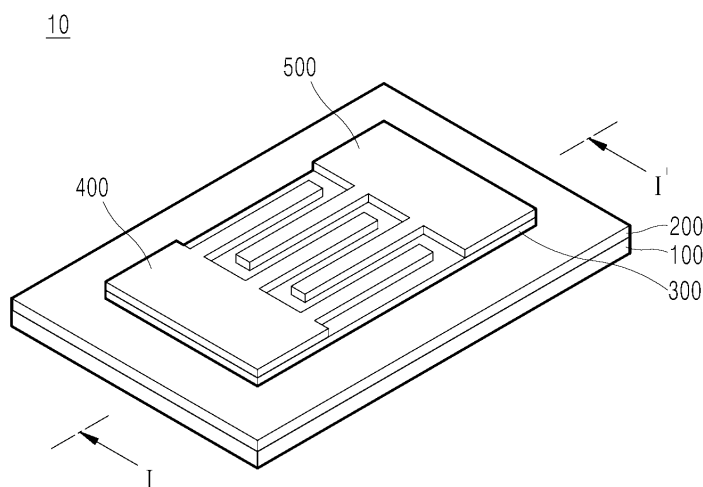
[0081] 도 12 및 도 13은 실시예에 따른 센서의 호흡 반응성을 테스트한 결과이다. 도 12 및 도 13을 참고하면, 급속 열처리하여 상변화 시킨 MoS₂를 포함하는 센서의 응답 시간 및 회복 시간이 매우 빠른 것을 확인할 수 있다. 구체적으로, 질소 분위기에서 급속 열처리를 진행하여 상변화시킨 MoS₂를 포함하는 센서(RTP N₂ MoS₂)의 경우 응답 시간은 0.06 초였고, 회복 시간은 0.08 초 였다. 또한, 산소 분위기에서 급속 열처리를 진행하여 상변화시킨 MoS₂를 포함하는 센서(RTP O₂ MoS₂)의 경우 응답 시간은 0.07 초였고, 회복 시간은 0.07 초 였다.

[0083] 이상 본 발명의 제조 방법에 따라 제조된 2H 구조의 MoS₂ 박막이 수열합성법에 의해 제작된 1T 구조의 MoS₂보다 수분에 대한 반응성 및 호흡 반응성이 우수함을 확인하였고 따라서 박막의 결정성이 수분 흡/탈착에 중요한 원인을 확인하였다.

[0085] 이제까지 본 발명에 대하여 그 바람직한 실시예들을 중심으로 살펴보았다. 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명이 본 발명의 본질적인 특성에서 벗어나지 않는 범위에서 변형된 형태로 구현될 수 있음을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 개시된 실시예들은 한정적인 관점이 아니라 설명적인 관점에서 고려되어야 한다. 본 발명의 범위는 전술한 설명이 아니라 특허청구범위에 나타나 있으며, 그와 동등한 범위 내에 있는 모든 차이점은 본 발명에 포함된 것으로 해석되어야 할 것이다.

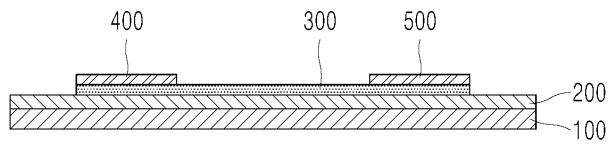
도면

도면1

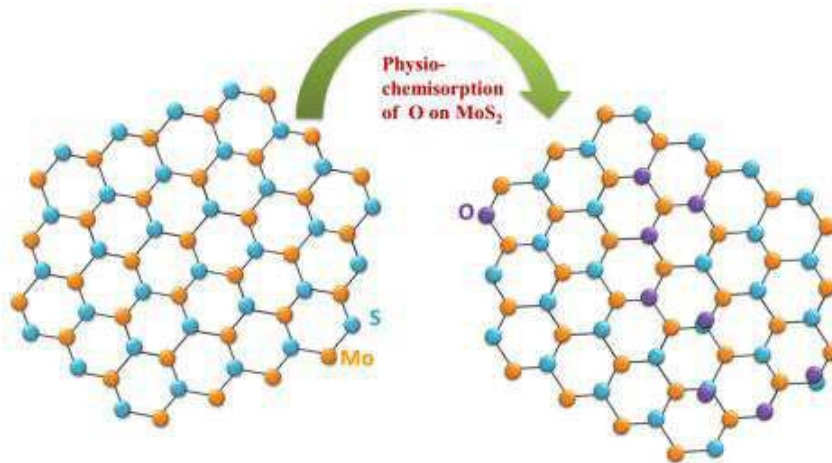


도면2

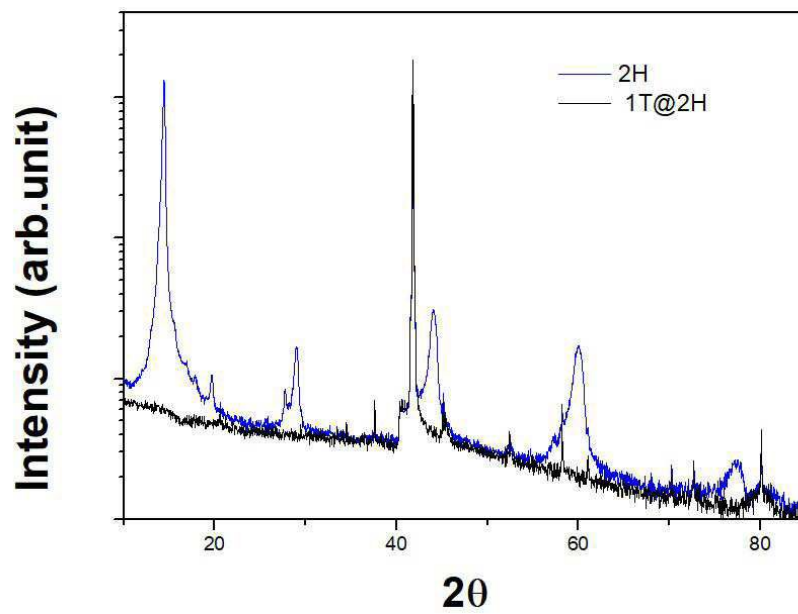
10



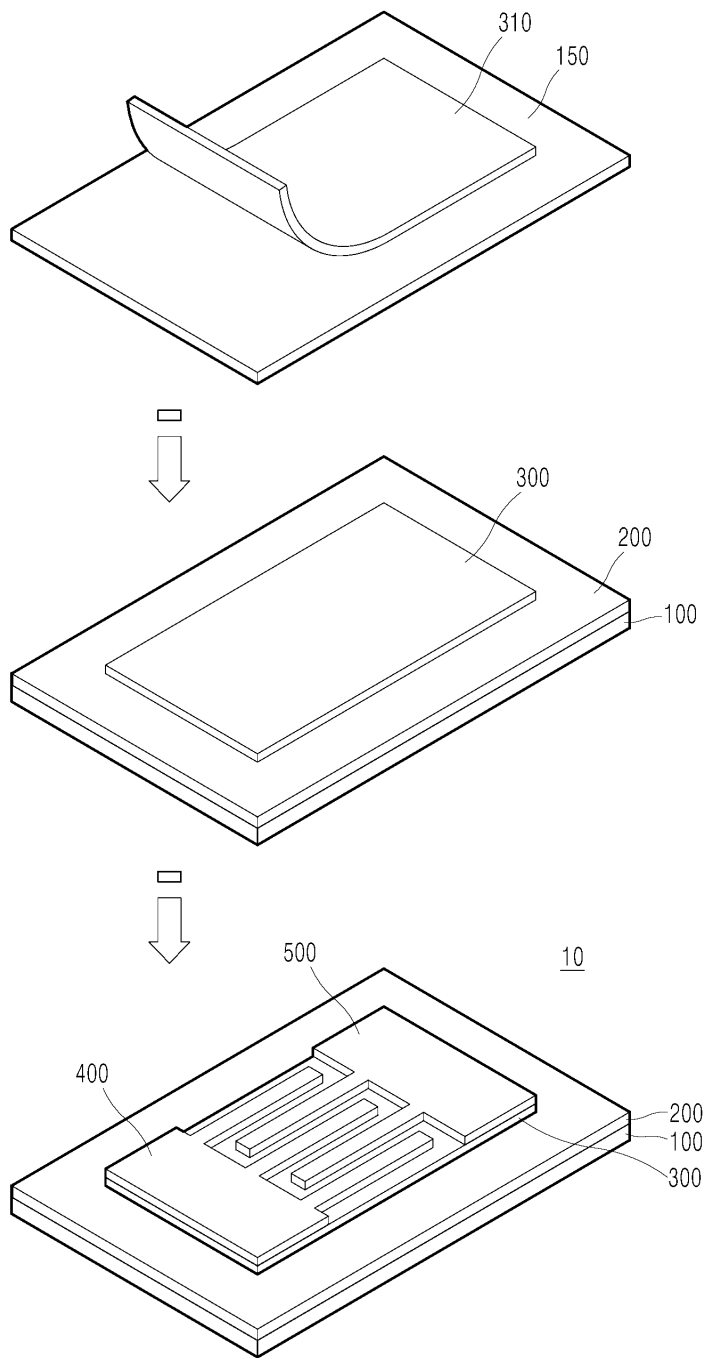
도면3



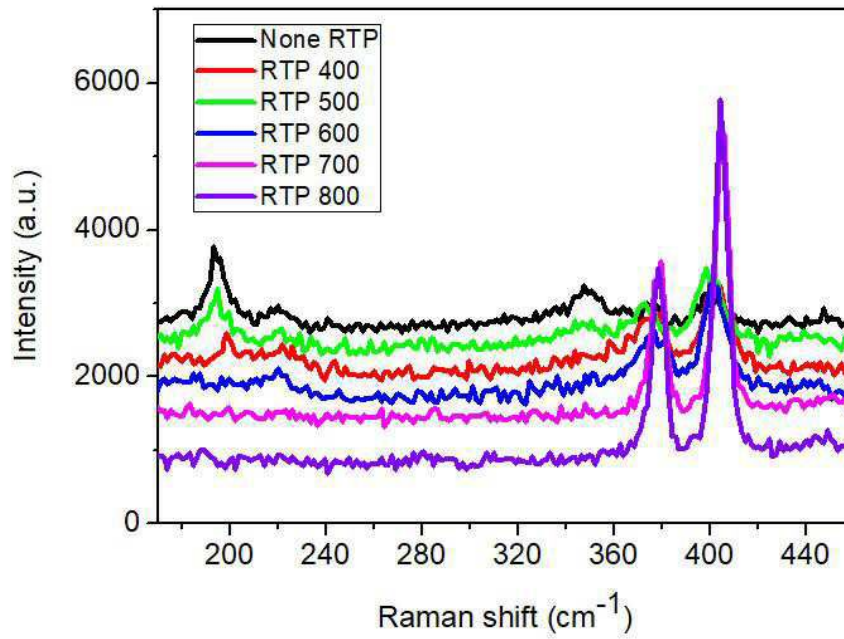
도면4



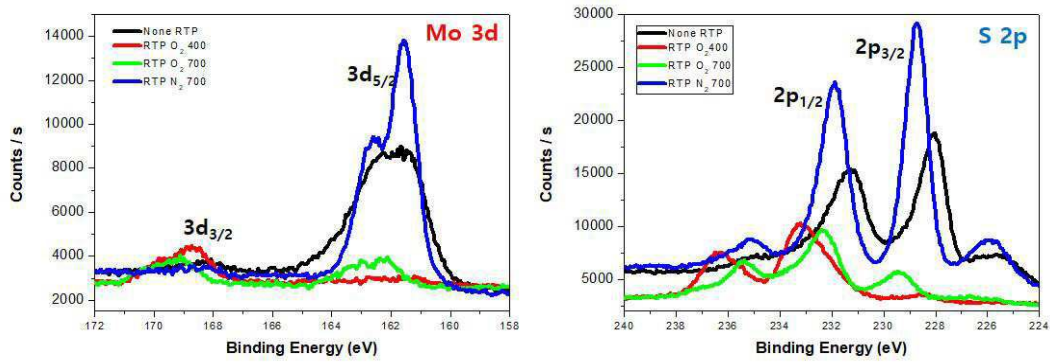
도면5



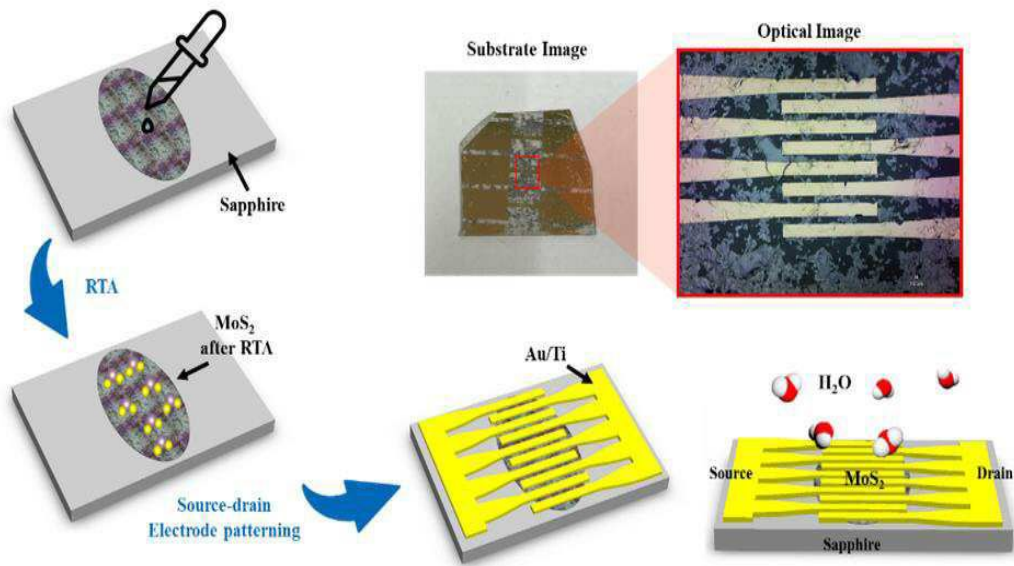
도면6



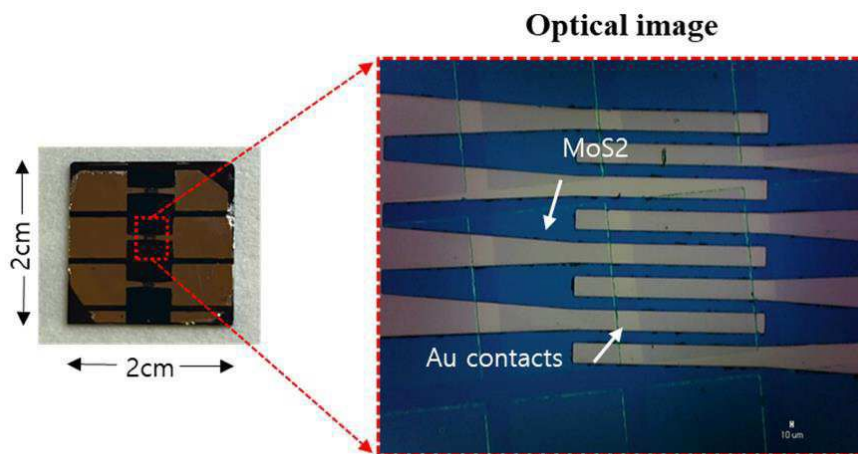
도면7



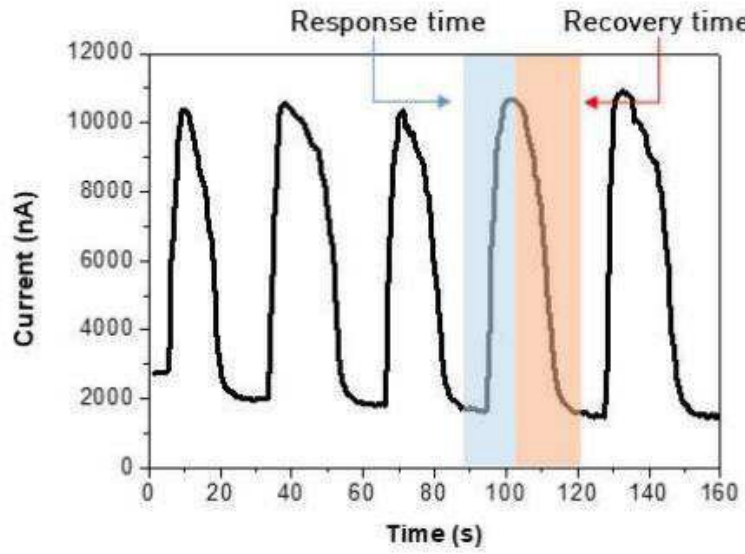
도면8



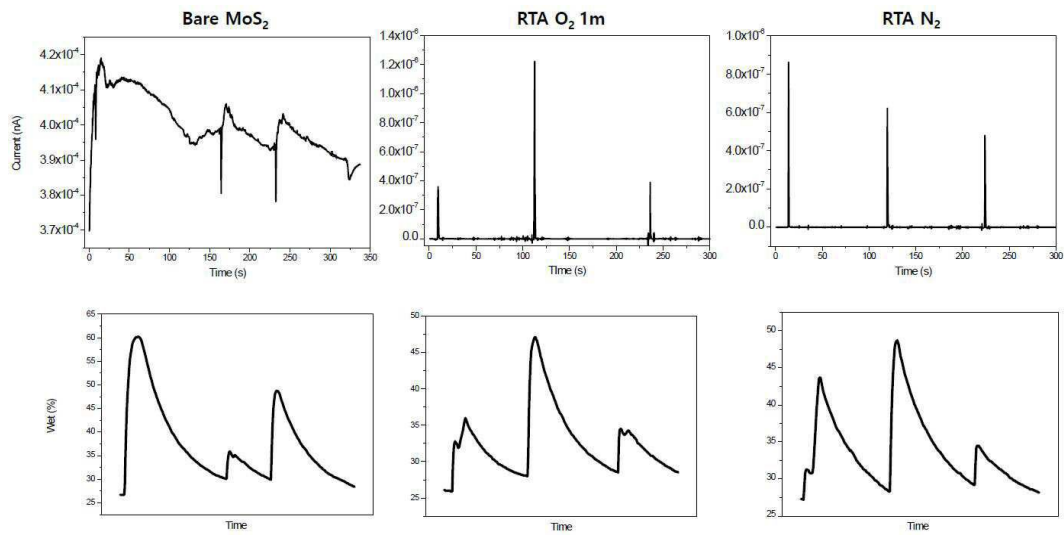
도면9



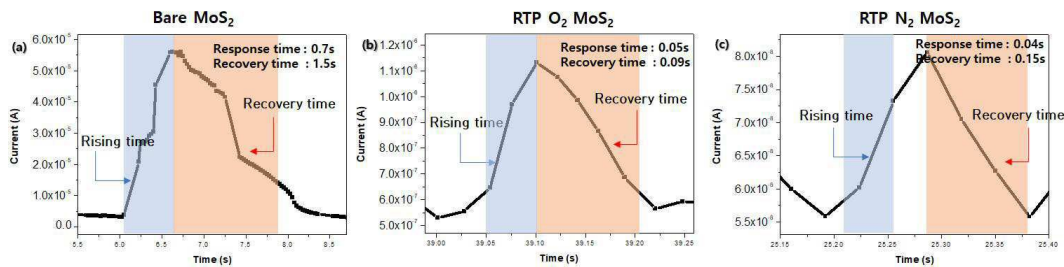
도면10



도면11



도면12



도면13

