

E-beam과 Dipping으로 제작한 TiO₂ 광학 박막의 광학적, 구조적 특성

Optical and Structural Properties of TiO₂ Optical Thin Films by E-beam and Dipping

김동진, 오승훈*, 한성홍, 김의정*

울산대학교 물리학과, *화학공학과

thin5@hanmail.net

TiO₂는 비교적 큰 에너지 밴드 갭을 지닌 반도체 물질로서 가시광 영역에서 높은 굴절률과 화학적으로 매우 안정한 특성을 가지고 있으며, 유전체 다층 박막을 제작하는데 있어서 중요한 물질로써 사용되어져 왔다.^[1] 또한 최근에는 TiO₂의 전기적, 광학적 특성과 광촉매 특성에 대하여 광범위하게 연구되어지고 있다.^[2] TiO₂는 일반적으로 rutile, anatase, brookite의 세 가지 결정형태가 있으며, 이들의 구조적 특성에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다. TiO₂는 여러 가지 방법으로 박막을 조성할 수 있다.^[1]

본 연구에서는 e-gun evaporating으로 제작한 TiO₂ 박막과 sol-gel법 중에서 dipping으로 제작한 TiO₂ 박막의 열처리 온도에 따른 광학적, 구조적 특성을 비교, 분석하였다. E-gun evaporating은 기계적 강도가 높고 굴절률이 bulk에 가까운 물질을 제작할 수 있고, dipping은 넓은 면적에 균일하게 박막을 입힐 수 있으며, 박막을 특성을 변화시키기 위한 조성의 변화가 용이하여 광학 박막을 제작하는데 많이 이용되고 있다.^[3] 박막을 제작하기 전에 중성 세제와 알코올, 아세톤, di-water 등으로 초음파 세척하여 기판을 전처리 하였다. E-gun evaporating으로 TiO₂ 박막을 제작하기 위하여 물질로는 TiO₂(CERAC, 99.9%)를 사용하였고 기본 진공은 8×10^{-6} mbar을 유지하였으며, 산소 분압이 2×10^{-4} mbar 일 때 박막을 증착하였다. Dipping법으로 박막을 제작하기 위해 먼저 TiO₂ sol을 제작하였다. TiO₂ sol을 제작하기 위하여 출발물질로는 TTIP(titanium tetraisopropoxide, Ti[OCH(CH₃)₂]₄)를 사용하였으며, 용매로 isopropanol((CH₃)₂CHOH)를 충분히 mixing 한 후, sol의 안정화를 위하여 촉매인 2 N-Hydrochloric Acid(HCl)와 isopropanol로 mixing 한 용액을 적하시켜 준비하였다. 박막의 제작은 본 실험실에서 제작한 dip-coater를 사용하였으며 인상속도를 변화시킴으로써 박막의 두께를 조절하였다. 박막의 두께를 증가시키기 위해 다층으로 coating을 실시하였으며 막간의 계면 생성을 방지하기 위하여 100°C에서 30분 정도 건조과정을 거쳤다. 제작한 박막의 열처리 온도에 따른 광학적, 구조적 특성을 조사하기 위하여 승온 속도를 5°C/min으로 하여 각각 300°C, 400°C, 500°C, 600°C 에서 2시간 열처리하였다.

그림1과 2는 각각의 방법으로 제작한 박막의 열처리 온도에 따른 투과율 변화를 나타낸 것으로 열처리 온도가 높을 수록 투과율이 감소하는 것을 알 수 있다. 이는 박막이 결정화됨으로써 빛의 산란 효과가 발생한 것으로 판단된다. 표 1은 열처리 조건에 따른 박막의 굴절률 변화를 나타낸 것으로 열처리 온도가 높을 수록 굴절률이 증가하는 것으로 나타났다. 이 같은 현상은 dipping법으로 제작한 박막에서 현저하게 나타나며, 열처리 과정동안 용매나 수분이 증발하기 때문으로 분석된다. 그림 3과 4는 열처리 후 X-ray 회절 분석한 결과로 300°C와 400°C에서는 비정질로 나타났으며, 500°C와 600°C에서는 anatase

구조를 가지는 것으로 나타났다.

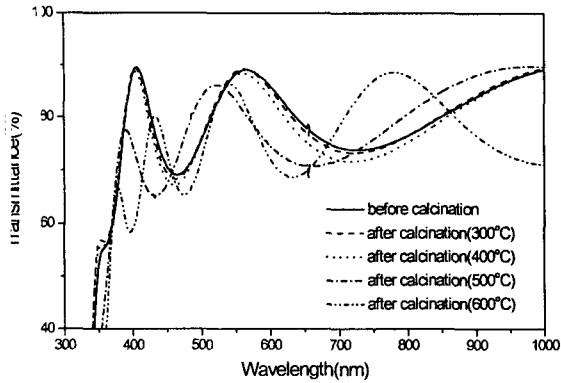


그림 1. E-gun evaporating으로 제작한 TiO₂ 박막의 열처리 온도에 따른 투과율 변화.

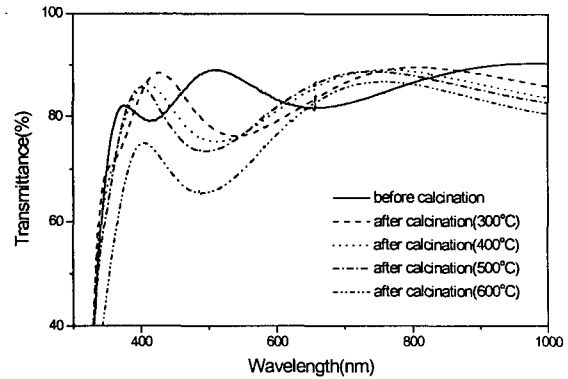


그림 2. Dipping으로 제작한 TiO₂ 박막의 열처리 온도에 따른 투과율 변화.

표 1. TiO₂ 박막의 열처리 조건에 따른 550nm 파장에서의 굴절률 변화.

온도	300°C		400°C		500°C		600°C	
	열처리 전	열처리 후	열처리 전	열처리 후	열처리 전	열처리 후	열처리 전	열처리 후
E-gun evaporating	2.09	2.11	2.09	2.14	2.09	2.13	2.14	2.15
Dipping	1.79	1.92	1.82	1.90	1.79	1.93	1.82	2.01

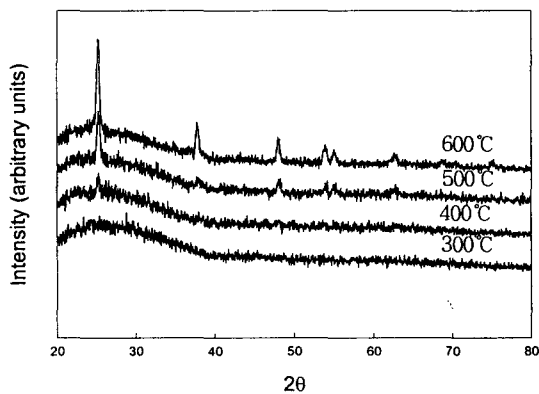


그림 3. E-gun evaporating으로 제작한 TiO₂ 광학 박막의 열처리 온도에 따른 X-ray 회절 분석.

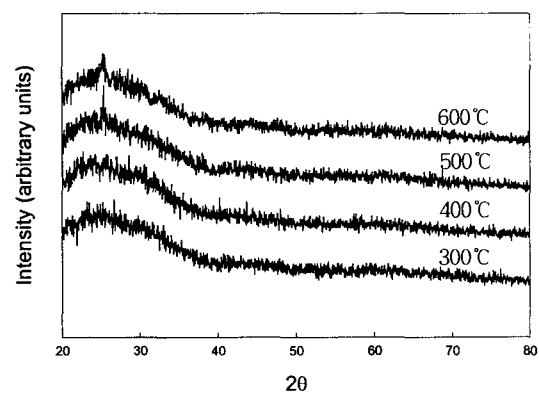


그림 4. Dipping으로 제작한 TiO₂ 광학 박막의 열처리 온도에 따른 X-ray 회절 분석.

Reference

[1] D. Bhattacharyya, N. K. Sahoo, S. Thakur and N. C. Das, Thin Solid Film, **360**, 96-102(2000).
 [2] G. S. Herman, Y. Gaoa, T. T. Trana and J. Osterwalder, Surface Science, **447**, 201-211(2000).
 [3] U. Selvaraj, A. V. Prasadarao, S. Komarneni and R. Roy, J. Am. Ceram. Soc., **75**, 1167(1992).