

졸-겔법에 의한 Au 미립자 분산 ZrO₂ 유리박막 특성평가
Characteristic of Au Fine Particles Doped ZrO₂ Glass Thin Films
by the Sol-Gel Method

경남대학교 이승민, 강봉상, 이경석, 문중수

1. 서론

ZrO₂는 화학적 안정성, 기계적 강도 및 알칼리 저항성이 우수한 특성을 갖고 있으므로 유리 위에 박막을 형성하여 일반유리가 갖는 단점을 극복할 수 있을 것으로 생각된다. 특히 Zirconia 박막은 조밀구조, 회로에서의 저소비전력, 소형화, 대량생산 등의 박막 고유의 장점으로 인해 많은 연구자들의 제조 시도가 있었다. 일반적으로 금속미립자를 분산시킨 산화물 박막은 높은 3차 비선형 광학효과, 선택적인 광흡수와 반사성, 그리고 촉매 효과 때문에 많은 관심을 끌고 이 방면의 연구가 수행되고 있다. 나노복합체에서의 표면 플라즈마 공명(Surface Plasma Resonance)은 높은 비선형 광학효과를 유발하며, 이 표면 플라즈마 공명은 나노복합체의 금속미립자의 크기, 모양 그리고 방향을 조절함으로써 그 특성을 제어할 수 있다.

2. 실험방법

본 실험에서 코팅용액 제조시 사용한 출발 원료는 Zirconium Butoxide(Zr(OC₄H₉)₄)이고, 가수분해에 있어서 물(H₂O)은 증류수, 촉매로는 Nitric Acid(HNO₃)를 사용했으며, 알콜용매는 Butanol(C₄H₉OH), 대기중에서 안정한 졸을 합성하기 위하여 킬레이팅 에이전트로 ethylacetoacetate(EAcAc), 그리고 금 미립자 공급을 위하여 원료로는 Tetrachloroauric(III)(HAuCl₄)를 사용하였다. Silica glass 기판을 코팅용액에 침전시키고 인상속도(withdrawl speed) 3 cm/min으로 하여 제조하였다. 코팅막을 고착시키기 위한 열처리는 500℃에서 10분간 행하였다. 제조된 박막의 막의 두께 및 재료의 특성을 엑스선 회절분석, 분광분석, 주사탐침현미경 그리고 전자현미경 관찰 등을 통하여 분석하였다.

3. 실험결과

모든 조성의 용액의 점도는 4~5 cP 정도였으며, 48 시간 후의 점도의 증가도 그다지 높지 않았다. 자외선-가시광선 분광분석을 행한 결과 가시광선 영역 중 650 nm부근에서 금 미립자의 표면 플라즈마 공명((surface plasma resonance, SPR)에 의한 높은 비선형광학 특성을 보이는 흡수 피크를 관찰할 수 있었다. 원자력간 현미경을 관찰한 결과 Scan rate를 0.5 Hz 50 μm 사이즈, 0.7 Hz 25 μm 사이즈, 0.9 Hz 10 μm 사이즈로 표면의 거칠기를 관찰한 결과 각각 1.49 nm, 1.10 nm, 0.59 nm를 나타내었다. SEM 관찰 결과 Au를 첨가시킨 용액으로 코팅한 박막의 경우에는 박막 표면에 구형의 Au입자들이 넓게 분포되어 있음을 확인할 수 있다. 그리고 모든 형상이 구에 가까우며 전체적인 크기도 약 15 nm~38 nm로 작았다.