

**졸-겔법에 의한 Polyvinylpyrrolidone 함유 $Ti(OC_3H_7)_4$
용액으로부터 TiO_2 박막의 제조와 특성**

**(Formation and Properties of TiO_2 Thin Films from
 $Ti(OC_3H_7)_4$ Solutions Containing
Polyvinylpyrrolidone by Sol-Gel Method)**

경남대학교 무기재료공학과 : 문종수, 현상엽

1. 서론

본 연구에서는 졸-겔법의 덩-코팅법을 사용하여 비교적 가수분해 속도가 빨라 1회의 코팅으로 균열없이 두꺼운 박막을 제조하기 어려운 전이 금속계의 TiO_2 세라믹 박막을 Polyvinylpyrrolidone(PVP)를 함유시킨 $Ti(OC_3H_7)_4$ 용액을 출발물질로 하여 제조하고, 박막제조 시 PVP와 용매의 조성이 막 두께에 미치는 영향, 막의 특성들을 연구하였다.

2. 실험방법

코팅용액을 제조하는 데 사용한 출발원료는 Titanium tetraisopropoxide ($Ti(OC_3H_7)_4$), 증류수, 2-propanol (i-PrOH), Diethanolamine (DEA), Polyvinylpyrrolidone (PVP), n-Heptane, n-Hexane이고, 모두 특급시약을 사용하여 졸-겔법에 의해 용액을 제조 후, 이 용액을 코팅용액으로 사용하였고, 이 용액의 점도를 시간대별로 측정하였다. 또한 이 용액을 SiO_2 기판위에 덩-코팅에 의해 시간대별로 1회 막을 입힌 후, 이것을 $700^\circ C$ 에서 열처리를 행하였고, TG/DTA를 사용하여 박막의 수축율과 열적 성질을 조사하였다. 그리고 X-선회절장치(XRD)를 이용하여 박막속에 생성된 TiO_2 결정을 확인하였으며, 전계방사형 주사전자현미경(FESEM)을 사용하여 박막의 미세구조와 막 특성들을 조사하였다. 또한 점도가 막 두께에 영향을 미치는가를 알기 위해 점도를 측정하였다.

3. 실험결과

TG/DTA 실험결과 약 70%의 수축율이 일어난 것을 알 수 있었고, XRD 측정결과 25.3° 와 27.4° 부근에서 anatase와 rutile 결정의 피크가 관찰되었으며, 피크의 관찰결과 Heptane은 rutile 결정이 72시간 반응 후에 나타난 것을 알 수 있는 데 반해 Hexane은 24시간 반응 후부터 rutile 결정이 나타났다. FESEM 사진 관찰을 통해 제조 초기에는 PVP와 용매가 잘 혼합되지 않았지만, 24~48시간에서는 아주 균일하게 혼합되어 있는 것을 알 수 있었다. 또한 점도 측정결과 점도가 초기에 감소하다가 다시 증가하는 경향을 보였는데, 이것은 막 두께와 관련이 있는 것으로 생각된다.