

# 졸-겔 침지코팅법에 의한 $TiO_2$ 박막의 제작 및 특성

## Preparation and Characterization of $TiO_2$ Thin Films by Sol-Gel Dip Coating Method

이학준, 김동진, 안영욱, 윤영진\*, 김의정\*, 김석원, 한성홍  
울산대학교 수학과물리기술학부, \*울산대학교 청정기술화학공학부  
lusso41@mail.ulsan.ac.kr

가시광선과 근적외선 영역의 스펙트럼에서 높은 투과율과 굴절률 특성을 지닌  $TiO_2$ 는 화학적 안정성이 뛰어나 광학박막에서 코팅 재료로 광범위하게 사용되어 왔다.  $TiO_2$  박막을 제작하는 방법 중 졸-겔법은 유리를 포함한 다양한 종류의 기판에 얇고 투명한 산화물 박막을 제작하는데 있어 매우 용이한 방법이며<sup>(1)</sup>, 여러 분야에 적용되어 왔다. 이와 같이 제작된  $TiO_2$  박막은 졸 제조과정, 후처리 방법 등 제작 공정 조건에 따라 특성을 나타내며, 특히 후처리 과정인 열처리에 의해서 비정질에서 아나타제, 아나타제에서 루타일로의 상전이가 일어날 수 있다. 그리고 이러한 현상은 졸 제조 시 사용한 출발물질과 용매, 촉매 등에 따라 다르게 나타난다<sup>(2)</sup>.

본 연구에서는 졸-겔 침지코팅법으로  $TiO_2$  박막을 제작하고, 졸 제조 시 사용한 촉매의 농도와 후처리 과정인 열처리 온도가 이들 박막의 구조적, 광학적 특성에 미치는 영향에 대하여 살펴보았다. 먼저  $TiO_2$  졸을 제조하기 위해 출발물질 titanium tetra-isopropoxide( $Ti[OCH(CH_3)_2]_4$ )와 용매 isopropanol을 사용하여 촉매 HCl과 합성하여 졸을 제조하였다. 촉매의 농도에 따른 박막의 특성을 조사하기 위해 HCl의 농도를 0.7N과 2.0N로 달리하였다. 박막제작에서 두께를 결정하는 시편의 인상속도는 100mm/min을 유지하였다. 그리고 고온에서 열처리한 박막의 특성을 조사하기 위해 기판으로는 quartz glass(50×20mm)를 사용하였고, 코팅 전에 알코올과 아세톤, 3차 증류수 등으로 세척하였다. 박막의 두께를 증가시키기 위해 3회 반복 코팅을 실시하였으며, 계면생성 방지를 위해 100°C에서 30분 동안 건조 과정을 반복하였다. 그리고 열처리 온도에 따른  $TiO_2$  박막의 특성을 조사하기 위하여 5°C/min의 승온 속도로 승온 시킨 후 600°C~1000°C의 범위에서 1시간동안 열처리하였다.

그림 1과 2는 졸 제조 시 사용된 촉매(HCl)의 농도가 0.7N, 2.0N일 경우의 박막에 대한 XRD 패턴을 나타낸 것이고, 표 1은 열처리 온도에 따른 각 박막의 결정크기를 나타낸 것이다. 농도가 0.7N인 박막은 800°C 이하에서 아나타제, 1000°C 이상에서는 루타일 결정상을 보였고, 2.0N 박막에서는 아나타제가 600°C 이하, 루타일은 800°C 이상에서 나타났다. 박막의 결정 크기는 열처리 온도가 높을수록 증가하였고 같은 열처리 온도에서 0.7N 박막보다 2.0N 박막의 아나타제 결정상의 결정크기가 더 크게 나타났다. 그리고 SEM 결과에 의해 이차입자의 크기와 열처리 온도가 증가함에 따라 박막이 더욱 조밀해짐을 확인하였다. 1000°C에서 열처리한 두 박막의 투과율은 박막의 결정상과 조성이 변화함으로써 발생한 흡수에 의해 300~700nm 파장영역에서 급격히 감소하였다. 그 결과를 그림 3과 4에 나타내었다. 그리고 굴절률은, 0.7N 박막인 경우 2.05에서 2.16으로, 2.0N 박막의 경우에는 2.18에서 2.25로 증가하였다. 그리고 박막의 porosity는 박막의 수축과 치밀화로 인해 40.14%에서 29.87%로, 39.38%에서 24.07%로 각각 감소하였다. 이상의 결과로 졸-겔법으로 제작한  $TiO_2$  박막의 구조적, 광학적 특성은 열처리 온도와 밀접한

관계가 있으며, 사용한 촉매제의 농도에 따라 다양한 변화가 나타나는 것을 확인할 수 있었다.

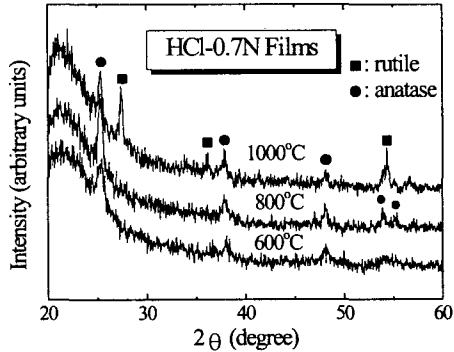


그림 1. HCl 농도 0.7N인 TiO<sub>2</sub> 박막의 열처리 온도에 따른 XRD 패턴.

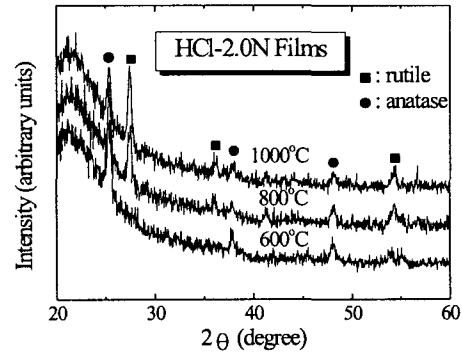


그림 2. HCl 농도 2.0N인 TiO<sub>2</sub> 박막의 열처리 온도에 따른 XRD 패턴.

표 1. 열처리 온도에 따른 각 박막의 결정 크기.

Calcination Temp.(°C)	Crystallite Size (nm)					
	HCl-0.7N			HCl-2.0N		
	anatase	rutile	rutile percent(%)	anatase	rutile	rutile percent(%)
600	13.93			26.31		
800	22.69			37.89	29.71	24.48
1000	33.96	42.06	78.81	38.74	37.36	71.23

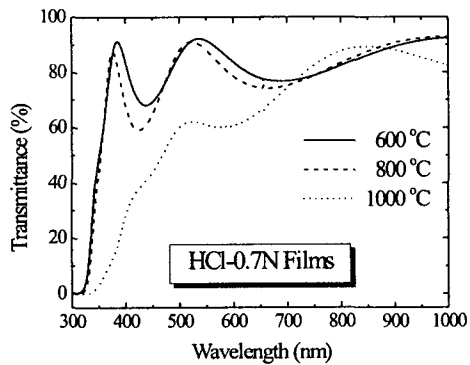


그림 3. 열처리 온도에 따른 HCl 농도 0.7N 박막의 투과율 특성.

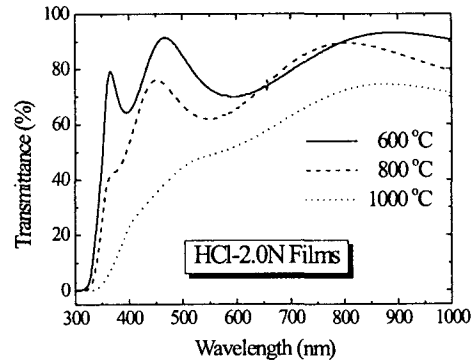


그림 4. 열처리 온도에 따른 HCl 농도 2.0N 박막의 투과율 특성.

본 연구는 한국과학재단 목적기초연구(2001-1-11100-008-2) 지원으로 수행되었음.

참고문헌

1. P. Chrysicopoulou, D. Davazoglou, Chr. Trapalis, and G. Kordas, "Optical properties of very thin (<100 nm) sol-gel TiO<sub>2</sub> films." Thin Solid Films, 323, 188-193 (1998).
2. H. Bach and D. Krause, Thin Films on Glass, Chapter 4 (Springer-Verlag, Berlin, Germany, 1997).