

**솔-젤법과 스핀 코팅에 의해 제조된 Sm^{2+} 가 도핑된
 $10\text{Al}_2\text{O}_3-90\text{SiO}_2$ 박막의 구조 및 광학적 특성
 (Morphology and Optical Properties of Sm^{2+} -doped
 $10\text{Al}_2\text{O}_3-90\text{SiO}_2$ Thin Films Prepared by Sol-Gel
 Process and Spin Coating Technique)**

장기완, 김상수, 김일곤, 조은진, 정용화*, 박성태*, 이용일**, 김창대***, 서효진****
 창원대학교 물리학과, *기초과학연구소, **화학과, ***목포대학교 물리학과, ****부경대학교 물리학과
 kwjang@sarim.changwon.ac.kr

Sm^{2+} 가 도핑된 불화물 결정은 실온에서 영구적 스펙트럼 홀 생성이 나타나며, 이러한 실온에서의 영구적 스펙트럼 홀 생성은 새로운 광 메모리의 개발에 매우 중요하므로 많은 관심을 받고 있다.⁽¹⁻³⁾

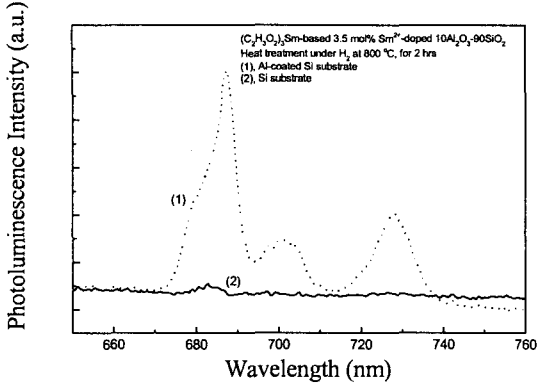
본 연구에서는 Sm^{2+} 가 도핑된 $10\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 90\text{SiO}_2$ 박막을 제조하여 SEM 및 발광 스펙트럼(Photo-Luminescence; PL)을 측정함으로써 제조된 박막의 구조적, 광학적 특성을 조사하였다.

Sm^{2+} 가 도핑된 $10\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 90\text{SiO}_2$ 박막을 제조하기 위하여 $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ 를 에탄올에 넣고 80 °C로 가열하고 1 시간 환류시킨다. $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 를 첨가한 후 1.5 시간 환류시킨 다음 Sm의 전구물질로서 $\text{SmCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 또는 $(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_3\text{Sm} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 를 HCl이 포함된 물(물 : HCl=1 : 0.0027)에 녹여 당량비로 가하여 1 시간 더 환류 시킨 후 실온으로 냉각하여 1 시간 교반한다. 이렇게 만들어진 솔 용액을 20 시간 aging시키고 나서 금속 알록사이드의 농도가 0.2 M이 되도록 에탄올을 첨가하여 10 분간 아주 빠른 속도로 교반한다.

스핀 코팅장치를 이용하여 알루미늄이 코팅된 실리콘 기판위에 위의 방법으로 제조된 솔 용액을 코팅하였다. 1500 rpm으로 기판을 회전시키면서 솔 용액을 기판위에 떨어뜨려 10 초동안 회전시킨 다음 3000 rpm으로 20 초동안 추가로 회전시켰다. 이렇게 코팅된 박막을 200 °C에서 10 분간 가열하여 용매를 제거한 다음 냉각시킨 후 같은 방법으로 두 번 더 코팅한 다음 450 °C에서 10 분간 열처리하였다. 이러한 과정을 3회 반복하여 9층으로 코팅된 $10\text{Al}_2\text{O}_3-90\text{SiO}_2$ 박막을 제조하였다. 이렇게 제조된 박막을 30 °C/hr로 500 °C까지 가열하여 2 시간 동안 유지시켜 열처리한 후 자연냉각시켜 Sm^{3+} 이 도핑된 $10\text{Al}_2\text{O}_3-90\text{SiO}_2$ 박막이 제조되었다. Sm^{3+} 이온을 Sm^{2+} 이온으로 환원하기 위해 수소 분위기 또는 공기 중에서 800 °C까지 열처리하여 Sm^{2+} 가 도핑된 $10\text{Al}_2\text{O}_3-90\text{SiO}_2$ 박막을 제조하였다.

그림 1은 Sm의 전구물질로서 $(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_3\text{Sm}$ 을 사용하여 알루미늄이 코팅된 실리콘기판과 순수 실리콘기판 위에 코팅하여 수소분위기에서 열처리한 $10\text{Al}_2\text{O}_3-90\text{SiO}_2 : \text{Sm}^{2+}$ (3.5 mol %)박막들의 PL이다. 그림 1로부터 알루미늄이 코팅된 기판 위에 코팅한 박막의 발광이 순수실리콘 기판 위에 코팅한 박막의 발광보다 훨씬 강한 것을 알 수 있다. 이는 전구물질로 같은 $(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_3\text{Sm}$ 을 사용하였지만 순수 실리콘기판 위에 코팅된 박막 내의 Sm 이온은 뭉침 현상에 기인한 자체소광으로 발광이 약화된 것으로 생각된다. 한편 동일 종류의 Sm 전구물질을 사용하더라도 수소분위기와 공기 중에서 열처리하여 Sm^{3+} 이온을 Sm^{2+} 이온으로 환원한 경우에 PL 스펙트럼의 차이가 관측되었다. 즉, 수소 분위기에서 열처리한 시

료의 경우에 Sm^{2+} 이온의 $^5\text{D}_0 \Rightarrow ^7\text{F}_0$ 천이의 선폭이 넓으나, 공기 중에서 열처리한 시료에서는 매우 좁은 선폭이 관측되었는데 이는 도핑된 Sm^{2+} 이온 주위의 환경이 열처리과정을 통하여 변했기 때문이다.



SEM 측정을 통하여 알루미늄이 코팅된 실리콘 기판 위에 코팅한 박막들의 두께는 700~800 nm 정도였다. 그림 2, 3, 4는 Sm^{3+} 이온을 Sm^{2+} 이온으로 환원시키기 위해 수소 분위기에서 열처리한 박막의 표면 SEM 사진이고 그림 5, 6, 7은 공기 중에서 열처리하여 Sm^{2+} 이온으로 환원된 박막의 표면 SEM 사진이다. Sm^{3+} 이온이 Sm^{2+} 이온으로 환원되었는지는 발광 스펙트럼을 측정하여 확인을 하였다. SEM 사진들을 통하여 Sm 전구 물질과 환원조건에 따라 박막의 표면 형태가 달라지는 것을 관측할 수 있다.

그림 1. 실온에서 측정한 $(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_3\text{Sm}$ 광발광 스펙트럼

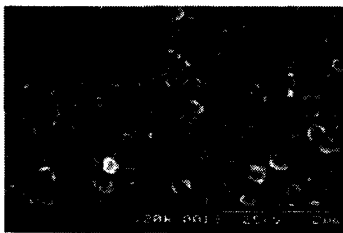


그림 2. $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3$



그림 3. SmCl_3



그림 4. $(\text{CH}_3\text{CO}_2)_3\text{Sm}$

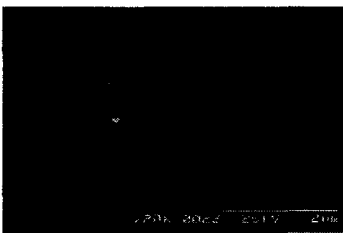


그림 5. $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3$

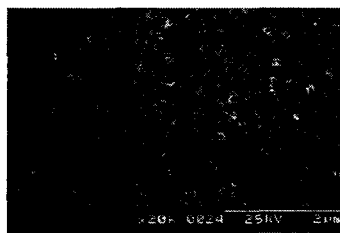


그림 6. SmCl_3

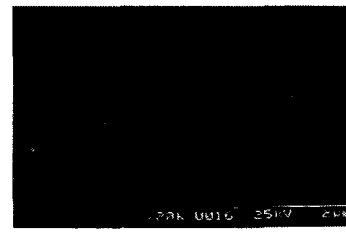


그림 7. $(\text{CH}_3\text{CO}_2)_3\text{Sm}$

본 연구는 학술진흥재단의 재정 지원으로 이루어진 것임. (KRF 2000-005-Y00071)

참고문헌

[1] Macfarlane, R. M.; Shelby, R. M. Photoionization Hole Burning and Nonlinear Zeeman Effect in $\text{CaF}_2: \text{Sm}^{2+}$. Opt. Lett. 9, 533-535 (1984).
 [2] Winnacker, A.; Shelby, R. M.; Macfarlane, R. M. Photon-Gated Hole Burning: A New Mechanism Using Two-Step Photoionization. Opt. Lett. 10, 350-352 (1985).
 [3] Jaaniso, R.; Bill, H. Room Temperature Persistent Spectral Hole Burning in Sm-doped $\text{SrFCl}_{1/2}\text{Br}_{1/2}$ Mixed Crystals. Europhys. Lett. 16, 569-574 (1991).

T
B