

부유대용융법에 의한 불순이온 주입된 TiO₂ 단결정 성장 연구

Crystal Growth of Rutiles doped with Impurity Ions by Floating Zone Method

이성영, 유영문¹, 김병호*

한국화학연구소, * 고려대학교 재료공학과

¹ ymyu@pado.kriect.re.kr

부유대용융법에 의하여 불순이온의 종류와 각 이온의 주입 농도를 달리하는 Rutile 단결정을 성장하였다. 성장된 결정으로부터 제조한 박편시료를 이용하여 결정결합과 광투과도에 미치는 각 불순이온의 영향을 조사하였다.

결정성장용 주원료로 99.99%의 TiO₂를 사용하고, 불순이온 주입을 위한 원료로서 99.99%의 Al₂O₃, H₃BO₃, Ga₂O₃, Sc₂O₃, V₂O₅, Fe₂O₃, ZrO₂, Er₂O₃, Cr₂O₃를 각각 사용하였다. 불순이온의 종류에 따르는 영향을 조사하기 위하여 TiO₂ 99.8 atomic%-불순이온 0.2 atomic%의 조성이 되도록 각 이온별로 원료를 정밀하게 평량하고 균일 혼합하였다. 불순이온의 첨가량에 따르는 영향을 조사하기 위하여 Al₂O₃는 각각 pure, 0.2, 0.4, 0.6 atomic%를, Cr₂O₃는 pure, 0.003, 0.05, 0.2 atomic%를 각각 치환하여 원료를 조합하였다. 균일 혼합된 원료를 직경 8mm의 고무 튜브에 넣고 CIP(Cold Isostatic Press)에서 2000kg/cm²의 압력으로 성형한 후 1500°C에서 1시간 소결함으로써 결정성장용 다결정 원료를 합성하였다.

합성된 다결정을 double ellipsoidal mirror 내에 설치하고, halogen lamp로 가열하여 원료의 한쪽 끝을 용융한 다음, 20rpm의 회전속도, 3-5mm/hr의 성장속도로 하는 유속 1 l/min의 O₂ 분위기 속에서 부유대용융법에 의하여 결정을 성장하였다.

성장된 결정을 성장축에 수직인 방향으로 각각 절단, 연삭, 연마한 박편을 이용하여 편광하에서 low-angle grain boundaries 및 기타의 결정결합을 관찰하였으며, 0.3μm~0.8μm 범위 및 0.6μm~3.4μm 범위에서의 투과 및 흡수 스펙트럼을 측정하였다.

결정 성장 결과 B³⁺, Er³⁺, Cr³⁺ 이온은 Ti⁴⁺ 이온과 이온의 크기 차이가 심하여 결정의 정상적인 성장을 방해하는 물성을 나타냈고, V⁵⁺, Cr³⁺ 이온은 흑색의 결정, Fe³⁺ 이온은 적갈색의 결정으로 성장되었다. Al³⁺, Zr⁴⁺, Ga³⁺, Sc³⁺ 이온이 주입된 결정은 모두 경정형이 양호하고, 옅은 노란색으로 투명하게 성장되었으며, low angle grain boundary의 형성을 억제되는 것이 확인되었다. 또한 Sc³⁺, Zr⁴⁺, Al³⁺의 순서로 투과도가 높아지는 것이 관찰되었다.

불순이온의 농도에 따른 영향으로서 Al³⁺ 이온의 경우 주입농도가 높아질수록 low angle boundary와 oxygen deficiency가 감소되었고, 투과율은 조금 감소하거나 큰 차이가 없는 것으로 나타났다. 반면에 Cr³⁺ 이온을 주입한 경우 0.003 atomic %에서 최적의 물성을 보였으며, 주입농도가 높아질수록 결정성장이 어려워지고 광의 투과도가 급격히 저하되었다.