≪연구논문≫ 한국진공학회지 제21권 3호, 2012년 5월, pp.158~163
http://dx.doi.org/10.5757/JKVS.2012.21.3.158

폴리머 애자 코팅을 위한 스퍼터링 되어진 TiO_2 박막의 특성

박용섭[a,b*] · 정호성[c] · 박철민[c] · 박 영[c] · 김형철[c]

[a]조선이공대학교 광전자정보과, 광주 501-744
[b]서남대학교 전기전자공학과, 아산 336-922
[c]한국철도기술연구원, 의왕 437-757

(2012년 3월 15일 받음, 2012년 5월 23일 수정, 2012년 5월 24일 확정)

본 연구에서는 폴리머 애자의 자가세정 코팅을 위한 소재로써 TiO_2 박막을 실리콘과 유리, 폴리머애자 기판위에 증착하였다. TiO_2 박막은 TiO_2 세라믹 타겟이 부착된 RF 마그네트론 스퍼터링 장치를 이용하여 증착하였다. TiO_2 박막은 스퍼터링의 다양한 공정조건 중 RF 파워의 크기에 따라 100 nm의 두께로 증착하였다. RF 파워에 따라 증착되어진 TiO_2 박막의 접촉각, 표면거칠기등 표면 특성을 확인하였으며, UV-visible등 광학적 특성을 고찰하여, 구조적 특성과의 관계를 고찰하였다.

주제어 : TiO_2, RF 마그네트론 스퍼터링, 폴리머애자, 접촉각, 표면거칠기

I. 서 론

자기애자는 전차선로 설비에서 가장 중요한 전기절연재료이다. 그러나 자기애자는 내충격에 결함이 있어 파괴되기 쉬우며 무겁기 때문에 취급에 어려움이 따른다. 전기철도 분야에서 이러한 자기애자의 단점을 해결하기 위하여 우수한 내오손성, 경량성을 지닌 고분자 애자가 개발되어 시공되고 있고, 전 세계적으로 그 사용은 점점 증가하고 있다. 그러나 고분자 애자의 경우 재질의 특성 때문에 자기애자보다 분진의 부착이 쉽고 부착된 분진의 세척이 어려운 단점을 가지고 있어, 장기 사용 시 특성 변화가 우려되며, 고분자 애자를 직류전기철도에 적용하기 위해서는 내오손성, 내아크성뿐만 아니라 세척이 특히 용이해야한다 [1]. 본 연구에서는 고분자 애자의 자연 세척을 위한 방법으로 광촉매 재료를 제안하였다. 광촉매는 환경 문제를 해결하기 위한 환경 정화 기술의 대안으로써 대두되고 있으며 현재 많은 연구가 진행되고 있다.

광촉매는 빛을 받아 유해 유기물을 분해하여 다른 오염물질을 제거하기 때문에 별도의 에너지가 필요하지 않으며, 세균을 포함한 오염물질을 유해한 잔류물 없이 완전한 제거를 할 수 있기 때문에 친 환경적인 방법이다 [2-9]. TiO_2, SiO_2, ZnO, CdS, WO_3 등은 광촉매 소재로써 가시광 또는 자외선 영역에 해당하는 에너지 밴드갭을 가지고 있으며, 반도체적 특성을 가지고 있다. 이들 중 대표적인 광촉매 물질은 TiO_2이며 강력한 산화분해력과 초친수성의 효과를 가지고 있고, 산과 염기에 대해 화학적인 안정성을 가지고 있어 반영구적으로 사용이 가능하다. TiO_2 광촉매 박막을 제조하기 위한 방법으로 졸겔(sol-gel) [2], 스퍼터링법(sputtering) [3-5], 화학기상증착법(chemical vapor deposition) [6-8], 상온진공분말분사공정(에어로졸 데포지션) [9] 등이 사용되고 있다.

본 연구에서는 RF 마그네트론 스퍼터링법을 이용하여 실리콘, 유리, 그리고 고분자 애자 기판 위에 RF 파워에 따른 TiO_2 박막을 증착하였으며, 증착되어진 TiO_2 박막의 미세구조와 표면 특성, 광학적 특성을 분석하였으며 광촉매 성능간의 상관관계를 고찰하였다.

II. 실험방법

RF 마그네트론 스퍼터링법으로 유리와 실리콘 기판위에 TiO_2 박막을 증착하였다. 기판은 증류수, 에탄올, 아세톤

* [전자우편] yongspark@cst.ac.kr

을 사용하여 세척하였으며, 4인치 TiO_2 세라믹을 사용하였다. TiO_2 박막 증착전 스퍼터의 초기 진공도는 3.0×10^{-6} Torr이고, 아르곤을 30 sccm을 주입하여 작업진공도는 2×10^{-3} Torr를 유지하였다. 타겟과 기판과의 거리는 60 mm이며, 기판의 회전속도는 5 rpm을 유지하였다. 증착전 타겟에 존재하는 불순물이나 산화막을 제거하기 위하여 5 분동안 pre-sputtering을 실시하였으며, TiO_2 박막은 RF 파워의 크기에 따라 100 nm의 두께로 합성하였다. 증착되어진 TiO_2 박막의 미세구조는 X-ray diffractometer [XRD: Bruker, AXS D8 Discover]로 분석하였고, 박막의 단면과 표면특성은 field emission scanning elecctron microscopy [FESEM: JEOL JSM-6700F], AFM [Atomic force microscopy], 접촉각[Contact angle] 등을 이용하여 확인하였다. 또한 광학적 특성은 UV-visible spectrophotometer [Hitachi, U 3000]를 이용하여 분석하였다.

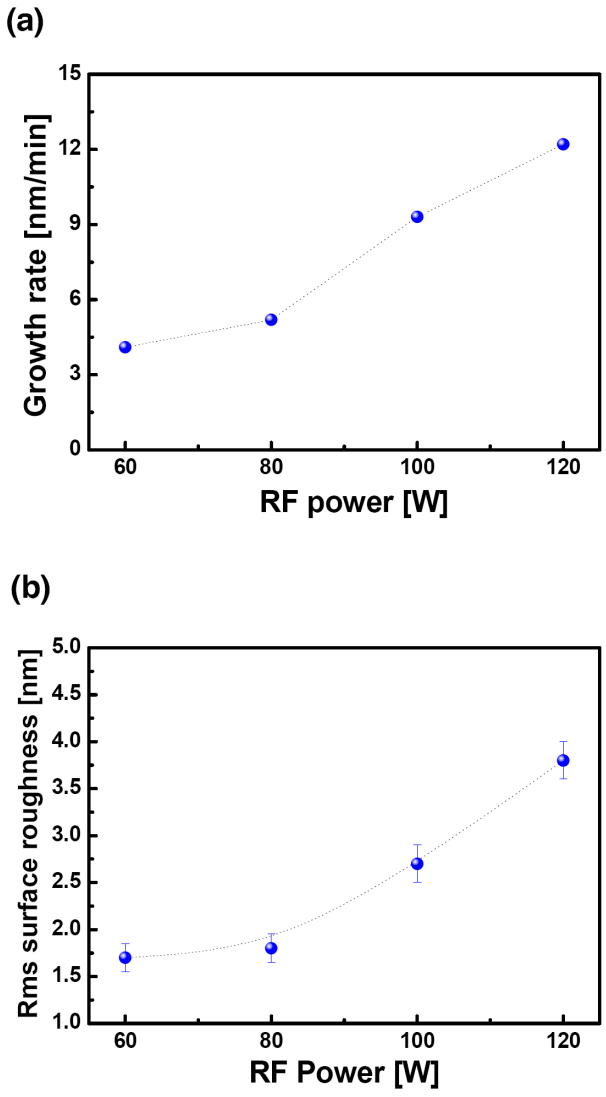

Figure 1. (a) Growth rate and (b) rms surface roughness of TiO_2 films with increasing RF power.

III. 실험결과 및 고찰

Fig. 1(a)는 RF 파워에 따라 실리콘 기판위에 증착되어지는 TiO_2 박막의 증착률을 나타낸다. RF 파워가 증가함에 따라 TiO_2 박막의 증착율은 증가하였다. RF 파워가 증가함에 따라 플라즈마 밀도가 증가하여 플라즈마 내에 아르곤 양이온이 증가하게 되는데, 증가된 양이온들이 타겟으로의 스퍼터링을 증가시키기 때문에 박막의 증착률은 증가하게 된다. 그러나 본 연구에서 RF 파워에 따른 TiO_2의 증착률은 상당히 낮으며, 이는 TiO_2 세라믹 타겟의 높은 밀도와 상온에서 증착하였기 때문이다.

Fig. 1(b)는 RF 파워에 따라 폴리머애자 기판 위에 증착되어진 TiO_2 박막의 표면거칠기 값의 변화를 나타낸다. RF 파워가 증가함에 따라 TiO_2 표면의 거칠기는 증가하였다. 이는 스퍼터링 효과와 관련이 있으며, 플라즈마 내에 증가되어진 양이온들에 의한 기판에 스퍼터링 되어지는 확률이 증가, 즉 높은 에너지를 가진 이온들에 의해서 충돌되어지는 횟수와 확률이 증가하기 때문에 박막의 표면은 다소 거칠어진다. 이러한 현상은 실리콘 기판 위에 증착된 TiO_2 박막에서도 동일한 결과를 보였고, 두 기판 위에 증착되어진 TiO_2 박막의 표면 거칠기 값은 동일하였다.

Fig. 2(a)는 120 W의 RF 파워에서 실리콘 기판 위에 증착되어진 TiO_2 박막의 표면 SEM 분석 결과를 보여준다. 그림에서 보듯이 균일도가 뛰어나며 결함이 없는 TiO_2 표면이 형성된 것을 확인할 수 있다. Fig. 2(b)에서는 실리콘 기판 위에 RF 파워의 증가에 따라 증착되어진 TiO_2 박막 표면에 있는 원자구성비의 결과를 보여준다. TiO_2 박막 표면에서 Ti 원자 성분은 다소 증가하였으며, O 원자성분은 약간 감소하는 것을 확인할 수 있다. 이러한 결과는 RF 파워의 증가에 의해 스퍼터링 되어진 이온 중 큰 에너지의 Ti 원자가 기판에 도달되어지는 수가 증가하였기 때문이라고 판단되어진다.

Fig. 3은 RF 파워에 따라 유리 기판 위에 증착되어진 TiO_2 박막의 XRD 분석 결과를 보여준다. 그림에서 보듯이

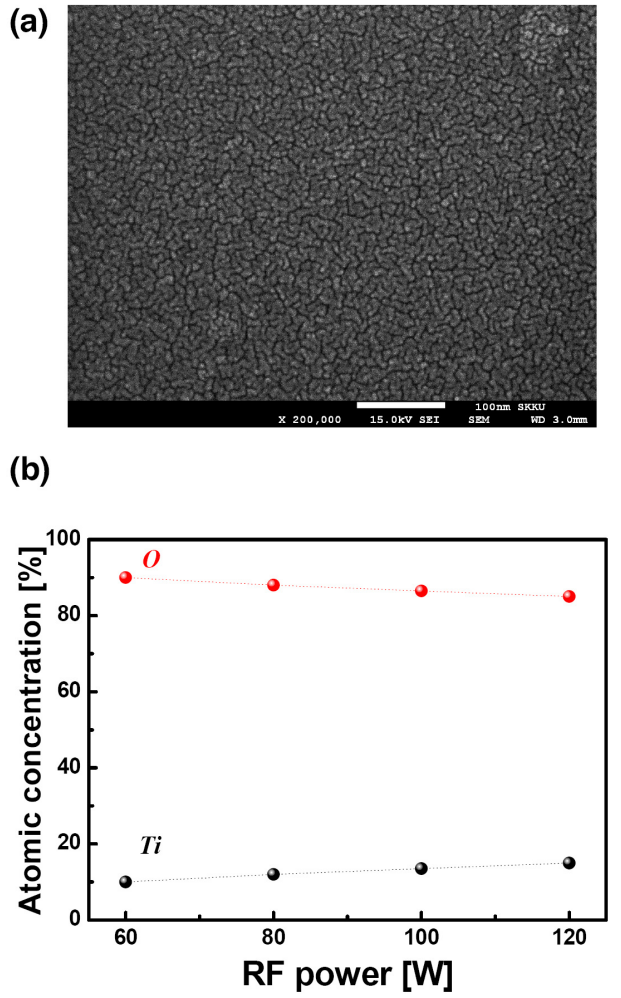

Figure 2. (a) Selected plane-view SEM images of TiO_2 film fabricated at the RF power of 120 W and (b) atomic concentration on TiO_2 films analyzed by SEM-EDX method.

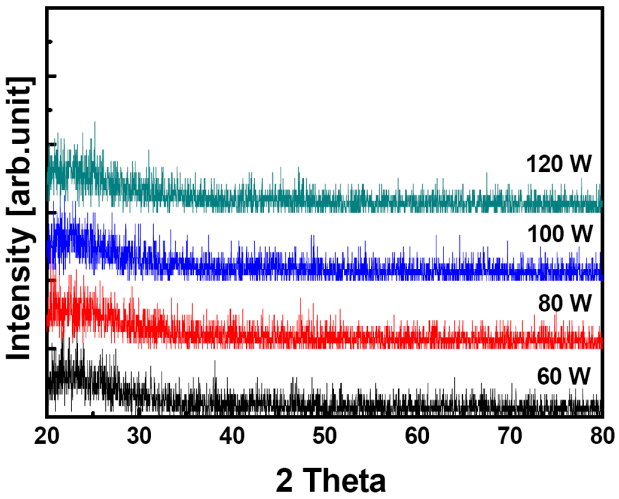

Figure 3. XRD patterns of TiO_2 films prepared with various RF powers.

모든 TiO_2 박막은 날카로운 회절 피크가 보이지 않는다. TiO_2 박막에서 아나타제 구조의 주피크는 약 25°에서 나타난다. RF 파워에 따른 TiO_2 박막에서는 22°에서 26°의 사이에서 아나타제 구조를 포함하여 넓게 솟아 오른 모양을 나타난다. 이것은 결론적으로 박막이 비정질구조 특성을 나타내는 것을 가리킨다. 본 실험에서는 박막 성장 시 기판 온도를 상온으로 유지하였고 RF 파워의 크기도 120 W가 최대 값이며, 박막의 두께를 100 nm로 증착하였기 때문에 박막의 구조가 비정질 특성을 나타낸 것이라고 판단되어진다 [10,11]. FESEM 결과에서도 확인하였듯이 특정 grain을 확인할 수가 없이 균일한 것도 TiO_2 박막이 비정질임을 의미한다.

Fig. 4(a)와 (b)는 각각 60 W와 120 W의 RF 파워에서 폴리머애자 기판 위에 제작되어진 TiO_2 박막의 접촉각 이미지를 보여주며, Fig. 4(c)는 RF 파워에 따라 폴리머애자 기판 위에 증착되어진 TiO_2 박막의 접촉각 변화를 나타낸다. RF 파워가 증가함에 따라 접촉각은 증가하였으며, 낮은 RF 파워인 60 W에서는 약 39° 정도 나타내며 120 W의 높은 RF 파워에서는 62° 이상의 값을 나타내었다. RF 파워의 증가에 따라 접촉각이 증가하는 이유는 RF 파워에 증가에 따라 스퍼터링 과정 동안 타겟으로부터 높은 에너지의 원자들이 기판에 도달되어지기 때문에 박막 표면에는 고

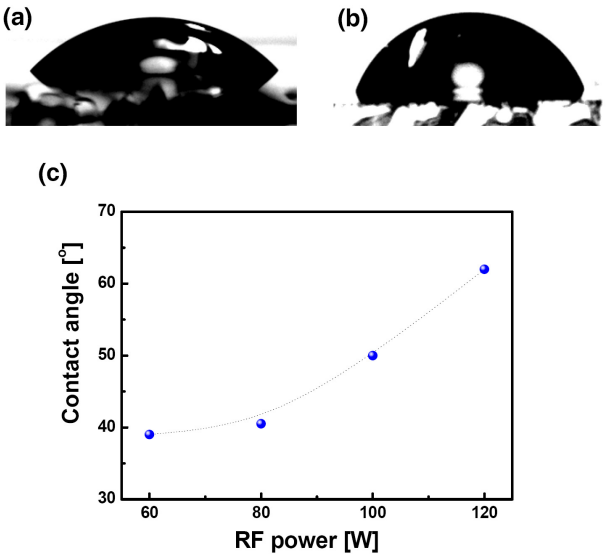

Figure 4. Contact angle images of TiO_2 films fabricated at (a) 60 W and (b) 120 W RF powers, and (c) contact angle values of TiO_2 films prepared with various RF powers.

에너지의 이온에 의한 결합이 증가하고 기판 주위에서 충돌의 증가로 상승하는 표면 온도 때문에 더욱 안정적인 결합을 형성한다 [3,12]. 결과적으로 스퍼터링 시 인가되어지는 RF 파워는 TiO_2 박막의 표면을 소수성 특성을 향상시킨다. 즉 표면 에너지를 낮게 만드는 역할을 한다. 이러한 결과는 박막 표면이 매우 안정적이라는 것을 가리키며 비정질인 박막 구조와 관련 있을 것이라고 판단되어진다.

Fig. 5는 RF 파워에 따라 유리기판 위에 제작되어진 TiO_2 박막의 투과도를 나타낸다. 모든 RF 파워조건에서 TiO_2 박막은 우수한 투명성을 나타낸다. 60 W의 RF 파워에서는 90% (400～800 nm)의 투과율을 보이고, 100 W의 RF 파워까지는 87%의 투과도로 우수한 투명성을 보였지만 120 W의 RF 파워에서는 78%까지 투과도가 감소하였다. 이러한 투과도 변화는 증가되어진 RF 파워에 의해 박막의 구조가 다소 변화가 일어났다는 것을 가리키며, 특히 박막 표면에서 금속 원자 비율이 증가하여 생긴 결합력에 의해 박막 표면에서의 접촉각이 증가하게 된다. 그러나 본 연구에서 제작되어진 TiO_2 박막은 XRD 박막 구조 분석 결과 박막 모두 약간의 아나타제 구조가 포함된 비정질 구조라는 것이 확인되었다. 결국 120 W의 RF 파워에서 투과도의 변화는 스퍼터링 동안 높은 에너지를 가지는 이온들에 결합력에 의한 박막의 미세 구조 변화에 의하여 투과도가 감소되어지고 박막 표면에서의 거칠기, 표면에서의 원자구성과 원자 결합등이 TiO_2박막의 투과도에 영향을 미쳤을 것이라고 판단되어진다.

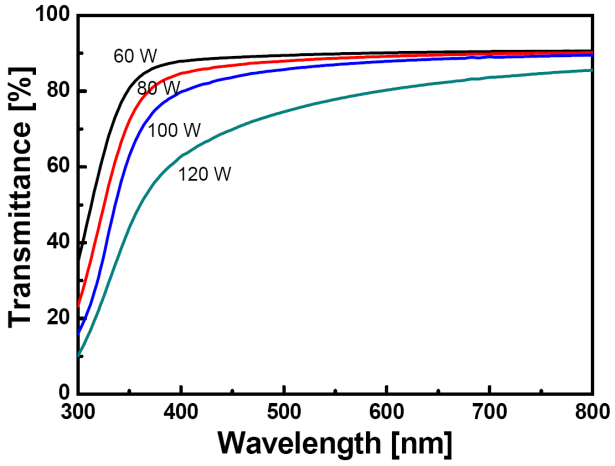

Figure 5. Optical transmittance of TiO_2 films prepared with various RF powers.

IV. 결 론

본 연구에서는 폴리머 애자의 전기적 절연과 표면 정화를 위한 코팅 소재로써 TiO_2 박막을 제작하였다. TiO_2 박막은 RF 마그네트론 스퍼터링 장치로 RF 파워에 따라 실리콘과 유리 기판위에 100 nm의 두께로 증착하였다. RF파워의 증가에 따라 TiO_2 박막의 증착율이 증가되었으며 박막의 거친 표면을 야기하였다. 또한 낮은 증착율과 낮은 공정온도에 의해 TiO_2 박막은 비정질 특성을 나타내었다. RF 파워의 증가는 TiO_2 표면을 소수 특성을 향상시키는 것으로 확인되었으나 투과도는 감소시키는 것을 확인하였다. 이러한 결과는 RF 파워의 증가에 의해 이온의 에너지가 증가되고 스퍼터링 효과를 증가시켜 박막의 미세 구조와 표면의 변화에 영향을 미쳤을 것이라고 판단되어진다.

감사의 글

본 연구는 국토해양부 도시철도표준화2단계연구개발사업의 연구비지원(07도시철도표준화A01)에 의해 수행되었습니다.

참고문헌

[1] J. Kim, M. K. Chaudhury, M. J. Owen, and T. Orbeck, J. Colloid and Interface Sci. **244**, 200-207 (2001)

[2] M. Addamo, V. Augugliaro, A. Di Paola, e. Garcia-Lopez, V. Loddo, G. Marci, and L. Palmisano, Thin Solid Films **516**, 3802 (2008).

[3] C. H. Heo, S. -B. Lee, J. -H. Boo, Thin Solid Films **475**, 183 (2005).

[4] F. Meng and F. Lu, Vacuum **85**, 84 (2010).

[5] Y. D. Kim, J. Korean Vacuum Soc. **21**, 106 (2012).

[6] S. -J. Cho, C. -K. Jung, S. -S. Kim, and J. -H. Boo, J. Korean Vacuum Soc. **19**, 22 (2010).

[7] C. H. Li, Y. H. Hsieh, W. T. Chiu, C. C. Liu, and C. L. Kao, Separation and Purification Technology **58**, 148 (2007).

[8] H. Sun, C. Wang, S. Pang, X. Li, Y. Tao, H. Tang, and M. Liu, J. Non-Crystalline Solids **354**, 1440 (2008).

[9] G. J. Yang, C. J. Li, and Y. Y. Wang, Mater. Lett. **62**, 1670 (2008).

[10] M. M. Abdel-Aziz, I. S. Yahia, L. A. Wahab. M. Fadel, and M. A. Afifi, Appl. Surf. Sci. **252**, 8163 (2006).

[11] M. Dhayal, J. Jun, H. B. Gu, and K. H. Park, J. Solid State Chem. **180**, 2696 (2007).

[12] P. Zeman and S. Takabayashi, Surf. Coat. Technol. **153**, 93 (2002).

≪Research Paper≫ Journal of the Korean Vacuum Society Vol.21 No.3, May 2012, pp.158~163
http://dx.doi.org/10.5757/JKVS.2012.21.3.158

Characteristics of Sputtered TiO_2 Thin Films for Coating of Polymer Insulator

Y. S. Park[a,b]*, H. S. Jung[c], C. M. Park[c], Y. Park[c], and H. C. Kim[c]

[a]*Department of Photoelectronics Information, Chosun College of Science & Technology, Gwangju 501-744*
[b]*Department of Electrical and Electronic Engineering, Seonam University, Asan 336-922*
[c]*Korea Railroad Research Institute, Uiwang 437-757*

(Received March 15, 2012, Revised May 23, 2012, Accepted May 24, 2012)

In this work, we have fabricated the TiO_2 thin films on Si and glass, polymer insulator substrates as the self-cleaning coating of polymer insulator. TiO_2 films were deposited by RF magnetron sputtering method with TiO_2 ceramic target and TiO_2 films of 100 nm thickness were fabricated with various RF powers. We have investigated the optical and surface, and structural properties of TiO_2 films prepared with various RF powers. As a result, the value of the contact angle of TiO_2 thin film is increased with increasing RF power and the value of the rms surface roughness is increased. The transmittance is decreased with increasing RF power. These results indicate that the variation of the surface and optical properties of TiO_2 thin films is related to the sputtering effects by increasing RF power.

Keywords : TiO_2, RF magnetron sputtering, Polymer insulator, Contact angle, Surface roughness

* [E-mail] yongspark@cst.ac.kr