



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2014년02월07일  
 (11) 등록번호 10-1359518  
 (24) 등록일자 2014년01월29일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
 C01F 5/02 (2006.01) C01F 5/00 (2006.01)  
 C23C 16/18 (2006.01)  
 (21) 출원번호 10-2012-0049237  
 (22) 출원일자 2012년05월09일  
 심사청구일자 2012년05월09일  
 (65) 공개번호 10-2013-0125594  
 (43) 공개일자 2013년11월19일  
 (56) 선행기술조사문헌  
 KR1020100051566 A  
 KR1020100129238 A  
 KR100320282 B1  
 US7714155 B2

(73) 특허권자  
 한국화학연구원  
 대전광역시 유성구 가정로 141 (장동)  
 (72) 발명자  
 박보근  
 강원 원주시 남원로527번길 23, 208동 101호 (명  
 룬동, 단구2차아파트)  
 정택모  
 대전 유성구 배울2로 78, 610동 2101호 (관평동,  
 대덕테크노벨리아아파트)  
 (74) 대리인  
 한양특허법인

전체 청구항 수 : 총 5 항

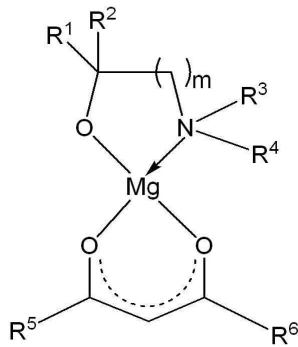
심사관 : 이승주

(54) 발명의 명칭 산화 마그네슘 전구체, 이의 제조방법, 및 이를 이용하여 박막을 형성하는 방법

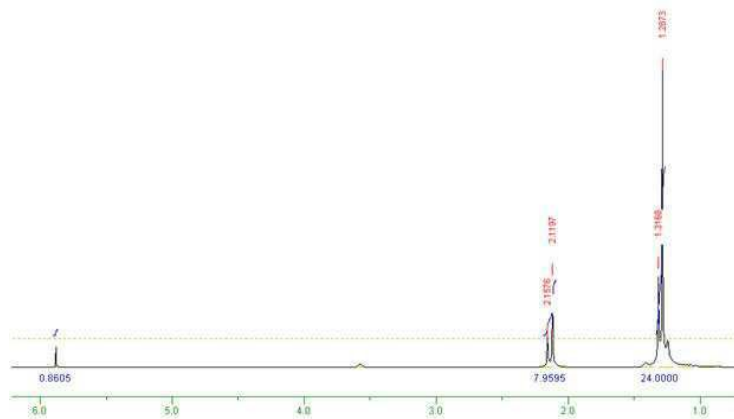
**(57) 요약**

본 발명은 하기 화학식1로 표시되는 산화 마그네슘 전구체에 관한 것으로, 상기 산화 마그네슘 전구체는 열적으로 안정하고 휘발성이 좋으므로 양질의 산화 마그네슘을 포함한 박막을 형성할 수 있다.

[화학식 1]



대표도 - 도1



(72) 발명자

**김창균**

대전 유성구 가정로 43, 109동 1603호 (신성동, 삼성한울아파트)

**전동주**

대전 유성구 신성로71번길 23 (신성동)

**김효숙**

광주 서구 운천로56번길 10, 103동 506호 (금호동, 해광대덕무지개아파트)

**이영국**

대전 유성구 어은로 57, 110동 206호 (어은동, 한빛아파트)

**안기석**

대전 유성구 배울2로 19, 909동 902호 (관평동, 대덕테크노밸리9단지아파트)

**이선숙**

대전 중구 태평로 35, 206동 2002호 (태평동, 동양아파트)

**임종선**

대전 유성구 어은로 57, 108동 1303호 (어은동, 한빛아파트)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	2011K000604
부처명	교육과학기술부
연구사업명	미래기반기술개발사업
연구과제명	CVD/ALD 공정에 적합한 목적지향형 분자 전구체 설계 및 합성
기여율	50/100
주관기관	한국화학연구원
연구기간	2011.07.01 ~ 2012.06.30

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	KK-1202-D0
부처명	산업기술연구회
연구사업명	기관고유사업
연구과제명	정보전자 산업용 전구체 개발
기여율	50/100
주관기관	한국화학연구원
연구기간	2012.01.01 ~ 2012.12.31

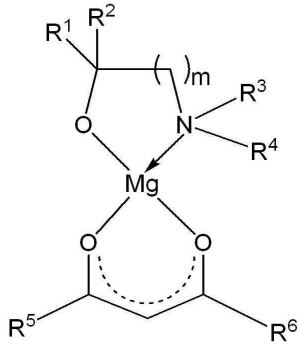
---

**특허청구의 범위**

**청구항 1**

하기 화학식1로 표시되는 산화 마그네슘 전구체:

[화학식 1]



(상기 식에서, m은 1 내지 3 범위의 정수고, R1, R2, R3 및 R4 은 각각 독립적으로 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기, R5 및 R6 은 각각 독립적으로 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기, 또는 불소 또는 C1-C10의 알콕시기가 치환된 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기이다.)

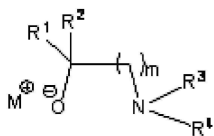
**청구항 2**

하기 화학식 2의 마그네슘 화합물과 하기 화학식 3의 아미노알콕시 알칼리금속 화합물 및 하기 화학식 4의 다이 케톤 화합물을 반응시키는 것을 특징으로 하는 하기 화학식 1 화합물의 제조방법.

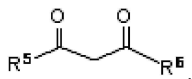
[화학식 2]



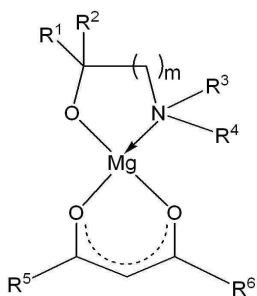
[화학식 3]



[화학식 4]



[화학식 1]



(상기 식에서, m은 1 내지 3 범위의 정수고, R1, R2, R3 및 R4는 각각 독립적으로 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기이고, R5 및 R6은 각각 독립적으로 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기, 또는 불소 또는 C1-C10의 알콕시

기가 치환된 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기이고, R7은 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기, 또는 불소가 치환된 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기이고, M은 Li 또는 Na이고, X는 F, Cl 또는 Br이다.)

**청구항 3**

청구항 1의 산화 마그네슘 전구체를 이용하여 산화 마그네슘을 포함한 박막을 성장시키는 방법.

**청구항 4**

청구항 3에 있어서,

박막 성장 공정이 화학기상증착법(CVD) 또는 원자층증착법(ALD)에 의하여 수행되는 것을 특징으로 하는 방법.

**청구항 5**

청구항 1의 산화 마그네슘 전구체를 이용하여 제조되는 것을 특징으로 하는 산화 마그네슘을 포함한 박막.

**명세서**

**기술분야**

[0001] 본 발명은 신규의 산화 마그네슘 전구체에 관한 것으로서, 보다 구체적으로 열적 안정성과 휘발성이 개선되고 낮은 온도에서 쉽게 양질의 산화 마그네슘을 포함한 박막의 제조가 가능한 산화 마그네슘 전구체 및 이의 제조 방법, 그리고 이를 이용하여 산화 마그네슘을 포함한 박막을 제조하는 방법에 관한 것이다.

**배경기술**

[0002] 산화 마그네슘(Magnesium oxide)은 매우 넓은 band gap (7.2eV), 뛰어난 열적 안정성(녹는점=2900° C), 낮은 유전상수(dielectric constant=9.8), 그리고 낮은 굴절률(refractive index) 등의 특성을 갖고, 이로 인해 박막의 완충막(buffer layer), 플라즈마 디스플레이 패널의 보호막(protective layer), 광학 재료(optical materials) 등 다양한 분야에 응용된다 (Wang, L.; Yang, Y.; Ni, J.; Stern, C. L.; Marks, T. J. *Chem. Mater.* 2005, 17, 5697; Renault, O. Ph.D. Thesis; Institut National Polytechnique de Grenoble, Grenoble, France, 1998; Andoh, S.; Murase, K.; Umeda, S.; Nakayama, N. *IEEE Trans. Electron Devices* 1976, 23, 319; Hinds, B. J.; McNeely, R. J.; Chen, J.; Dias, C.; Studebaker, D. L.; Marks, T. J.; Hogan, T. P.; Schindler, J. L.; Kannewurf, C. R. *J. Alloys Compd.* 1997, 251, 328; Musolf, J.; Boeke, E.; Waffenschmidt, E.; He, X.; Heuken, M.; Heime, K. J. *Alloys Compd.* 1993, 195, 295; Tonouchi, M.; Sakaguchi, Y.; Kobayashi, T. *J. Appl. Phys.* 1987, 62, 961; Nashimoto, K.; Fork, D. K.; Geballe, T. H. *J. Appl. Phys. Lett.* 1992, 60, 1199; Basit, N. A.; Kim, H. K.; Blachere, J. *J. Appl. Phys. Lett.* 1998, 73, 3941; Yoon, J.-G.; Kim, K. *J. Appl. Phys. Lett.* 1996, 68, 2523). 또한, 산화 마그네슘 박막을 제조하기 위해 졸-겔(sol-gel), 스퍼터링(sputtering), PLD(pulsed laser ablation), CVD(chemical vapor deposition), MOCVD(metal-organic chemical vapor deposition), ALD(atomic layer deposition) 등과 같은 다양한 방법이 이용되고 있다 (Lee, J. H.; Eun, J. H.; Park, S. Y.; Kim, S. G.; Kim, H. J. *Thin Solid Films* 2003, 435, 95-101; Ho, I. C.; Xu, Y. H.; Chakrabarti, S.; Ganguli, D.; Chaudhuri, S. *Mater. Lett.* 2003, 57, 4483-4492; Babcock, J. R.; Benson, D. D.; Wang, A. C.; Edleman, N. L.; Belot, J. A.; Metz, M. V.; Marks, T. J. *J. Chem. Vapor Deposition* 2000, 6, 180-183; Burton, B. B.; Goldstein, D. N.; George, S. M. *J. Phys. Chem. C* 2009, 113, 1939; Davies, H. O.; Jones, A. C.; Leedham, T. J.; Crosbie, M. J.; Wright, P. J.; Boag, N. M.; Thompson, J. R. *Chem. Vapor. Deposition* 2000, 6, 71). 기존에 알려져 있고 널리 이용되고 있는 CVD용 산화 마그네슘 전구체로는 다이에틸마그네슘(diethylmagnesium), 비스(2,2,6,6-테트라메틸-3,5-헵탄다이오네이토)마그네슘(bis(2,2,6,6-tetramethyl-3,5-heptanedionato)magnesium), 비스(아세틸아세토네이토)마그네슘(bis(acetylacetonato)magnesium), 마그네슘 아세테이트(magnesium acetate), 마그네슘 2-에틸헥사노에이트(magnesium 2-ethylhexanoate), 그리고 비스(시클로펜타다이에닐)마그네슘 (bis(cyclopentadienyl)magnesium) 등이 있으나 다이에틸마그네슘을 제외한 대부분이 100° C 이상의 높은 온도에서 휘발되고 박막 증착시 H<sub>2</sub>O 또는 O<sub>2</sub>와 같은 산소 소스를 제공해 주어야 한다는 단점을 갖는다. 상기와 같은 전구체를 합성하기 위해 알킬(alkyls), 알콕사이드(alkoxide), 카복실레이트(carboxylates), 카바메이트(carbamates), 시클로펜타다이에닐(cyclopentadienyls), 그리고 β-다이케토네이트(β-diketonates) 와 같은 다양한 리간드가 이용되는데 그 중에

서  $\beta$ -다이케토네이트를 이용한 화합물의 경우 우수한 열적 안정성과 휘발성을 갖는 장점이 있어 최근 마그네슘  $\beta$ -다이케토네이트(magnesium  $\beta$ -diketonate), 마그네슘  $\beta$ -다이케토네이트알콕사이드(magnesium  $\beta$ -diketonatoalkoxide), 그리고 마그네슘  $\beta$ -케토이미네이트(magnesium  $\beta$ -ketoimate)와 같은 화합물에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다 (Davies, H. O.; Jones, A. C.; Leedham, T. J.; Crosbie, M. J.; Wright, P. J.; Boag, N. M.; Thompson, J. R. *Chem. Vap. Deposition* **2000**, *6*, 71; Matthews, J. S.; Just, O.; Obi-Johnson, B.; Rees, Jr., W. S; *Chem. Vap. Deposition* **2000**, *6*, 129; Babcock, J. R.; Benson, D. D.; Wang, A.; Edleman, N. L.; Belot, J. A.; Metz, M. V.; Marks, T. J. *Chem. Vap. Deposition* **2000**, *6*, 180; Hill, M. R.; Jones, A. W.; Russel, J. R.; Roberts, N. K.; Lamb, R. N. J. *Mater. Chem.* 2004, *14*, 3198; Carta, G.; El Habra, N.; Crociani, L.; Rossetto, G.; Zanella, P.; Zanella, A.; Paolucci, G.; Barreca, D.; Tondello, E. *Chem. Vap. Deposition* 2007, *13*, 185; Jones, A. C. *J. Mater. Chem.* 2002, *12*, 2576). 한국 공개특허공보 2001-0027037 에서는 마그네슘 아세테이트, 마그네슘 아세틸아세토네이트 등의 유기 마그네슘 화합물을 사용하여 화학기상증착법으로 박막을 형성하는 방법을 개시하고 있으나 상기 유기 마그네슘 화합물은 휘발성, 열적안정성 등이 충분하지 못하여 박막 제조 용이하지 않고 제조된 박막의 물성도 충분하지 못하다는 문제점이 있다.

### 선행기술문헌

#### 특허문헌

- [0003] (특허문헌 0001) 한국 공개특허공보 2001-0027037  
 (특허문헌 0002) 한국 공개특허공보 2008-0046485  
 (특허문헌 0003) 한국 공개특허공보 2010-0071463

### 발명의 내용

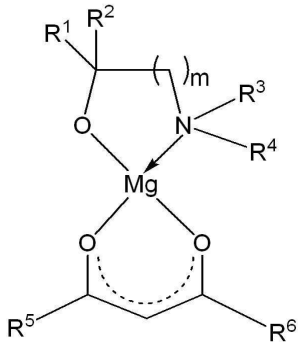
#### 해결하려는 과제

- [0004] 본 발명의 목적은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위한 것으로서, 열적 안정성과 휘발성이 개선되고 낮은 온도에서 쉽게 양질의 산화 마그네슘을 포함한 박막의 제조가 가능한 신규의 산화 마그네슘 전구체를 제공하는 것이다.
- [0005] 또한 본 발명의 목적은 상기 산화 마그네슘 전구체를 제조하는 신규의 방법을 제공하고, 이를 이용하여 산화 마그네슘을 포함하는 박막을 제조하는 방법 및 이로부터 제조된 산화 마그네슘을 포함하는 박막을 제공하는 것이다.

#### 과제의 해결 수단

- [0006] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 산화 마그네슘 전구체를 제공한다.

[0007] [화학식 1]



[0008]

[0009] (상기 식에서, m은 1 내지 3 범위의 정수이고, R1, R2, R3 및 R4 은 각각 독립적으로 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기, R5 및 R6 은 각각 독립적으로 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기, 또는 불소 또는 C1-C10의 알콕시기가 치환된 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기이다.)

[0010] 또한 본 발명은 상기 화학식 1의 산화 마그네슘 전구체의 제조방법을 제공한다.

[0011] 또한 본 발명은 상기 화학식 1의 산화 마그네슘 전구체를 이용하여 산화 마그네슘을 포함한 박막을 성장시키는 방법 및 이로부터 제조된 산화 마그네슘을 포함하는 박막을 제공한다.

### 발명의 효과

[0012] 본 발명의 화학식 1로 표시되는 산화 마그네슘 전구체는 서로 다른 두 개의 리간드를 갖는 화합물로 뛰어난 열적 안정성과 높은 휘발성을 가지고 있기 때문에 이를 이용하여 쉽게 양질의 산화 마그네슘을 포함한 박막을 제조할 수 있다.

### 도면의 간단한 설명

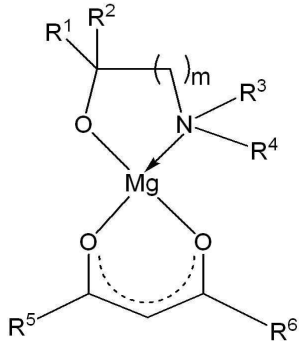
- [0013] 도 1은 Mg(dmamp)(tmhd)에 대한 <sup>1</sup>H-NMR 스펙트럼이다.  
 도 2는 Mg(dmamp)(tmhd)에 대한 <sup>13</sup>C-NMR 스펙트럼이다.  
 도 3은 Mg(dmamp)(tmhd)에 대한 FT-IR 스펙트럼이다.  
 도 4는 Mg(dmamp)(acac)에 대한 <sup>1</sup>H-NMR 스펙트럼이다.  
 도 5는 Mg(dmamp)(acac)에 대한 <sup>13</sup>C-NMR 스펙트럼이다.  
 도 6은 Mg(dmamp)(acac)에 대한 FT-IR 스펙트럼이다.  
 도 7은 Mg(dmamp)(hfac)에 대한 <sup>1</sup>H-NMR 스펙트럼이다.  
 도 8은 Mg(dmamp)(hfac)에 대한 <sup>13</sup>C-NMR 스펙트럼이다.  
 도 9는 Mg(dmamp)(hfac)에 대한 FT-IR 스펙트럼이다.  
 도 10은 Mg(dmamp)(tfac)에 대한 <sup>1</sup>H-NMR 스펙트럼이다.  
 도 11은 Mg(dmamp)(tfac)에 대한 <sup>13</sup>C-NMR 스펙트럼이다.  
 도 12는 Mg(dmamp)(tfac)에 대한 FT-IR 스펙트럼이다.  
 도 13은 Mg(dmamp)(tmhd)에 대한 TG/DTA data이다.

도 14는 Mg(dmamp)(hfac)에 대한 TG/DTA data이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0014] 본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 산화 마그네슘 전구체에 관한 것이다.

[0015] [화학식 1]



[0016]

[0017] (상기 식에서, m은 1 내지 3 범위의 정수고, R1, R2, R3 및 R4 은 각각 독립적으로 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기, R5 및 R6 은 각각 독립적으로 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기, 또는 불소 또는 C1-C10의 알콕시기가 치환된 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기이다.)

[0018] 상기 화학식 1로 표시되는 신규의 산화 마그네슘 전구체는 서로 다른 두개의 리간드 즉, β-다이케토네이트와 아미노알콕사이드 리간드를 갖는 마그네슘 화합물로, 열적으로 안정하고 좋은 휘발성을 가진다. 상기 산화 마그네슘 전구체는 흰색 또는 노란색 고체일 수 있다.

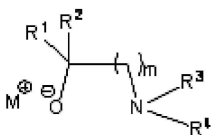
[0019] 본 발명의 산화 마그네슘 전구체는 다양한 방법으로 제조될 수 있다.

[0020] 바람직하게는 본 발명의 상기 화학식 1의 화합물은, 하기 화학식 2의 마그네슘 화합물과 하기 화학식 3의 아미노알콕시 알칼리금속 화합물 및 하기 화학식 4의 다이케톤 화합물을 반응시켜 얻을 수 있다.

[0021] [화학식 2]

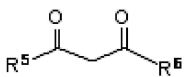
[0022] R7-MgX

[0023] [화학식 3]



[0024]

[0025] [화학식 4]



[0026]

[0027] (상기 식에서, m은 1 내지 3 범위의 정수고, R1, R2, R3 및 R4는 각각 독립적으로 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기이고, R5 및 R6은 각각 독립적으로 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기, 또는 불소 또는 C1-C10의 알콕시기가 치환된 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기이고, R7은 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기, 또는 불소가 치환된 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기이고, M은 Li 또는 Na이고, X는 F, Cl 또는 Br이다.)

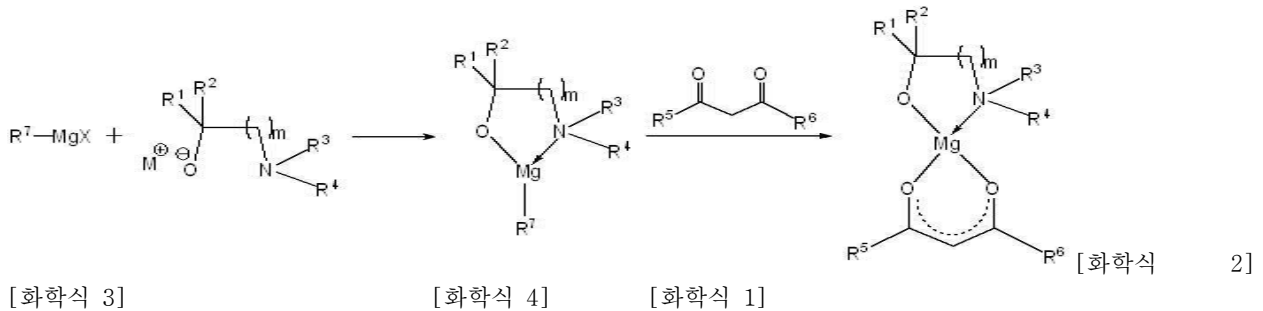
[0028] 상기 반응의 용매로는 톨루엔, 테트라하이드로퓨란, 헥산, 디에틸에테르 등을 사용할 수 있으며, 바람직하게는

테트라하이드로퓨란을 사용할 수 있다.

[0029] 상기 반응은 바람직하게는 실온에서 12시간 내지 24시간 동안 진행될 수 있으며, 흰색 또는 옅은 노란색 고체 화합물인 상기 화학식 1의 화합물을 얻을 수 있다.

[0030] 상기 제조방법을 구체적으로 도시하면 하기 반응식 1과 같다.

[0031] [반응식 1]



[0032] (상기 식에서, m은 1 내지 3 범위의 정수고, R1, R2, R3 및 R4는 각각 독립적으로 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기이고, R5 및 R6은 각각 독립적으로 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기, 또는 불소 또는 C1-C10의 알콕시기가 치환된 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기이고, R7은 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기, 또는 불소가 치환된 C1-C10의 선형 또는 분지형 알킬기이고, M은 Li 또는 Na이고, X는 F, Cl 또는 Br이다.)

[0034] 본 발명의 신규의 산화 마그네슘 전구체는 산화 마그네슘을 포함한 박막 제조용 전구체로서, 특히 산화 마그네슘 박막 제조 공정에 널리 사용되고 있는 화학 기상 증착법(CVD) 또는 원자층 증착법(ALD)을 사용하는 공정에 바람직하게 적용될 수 있다.

[0035] 예컨대 화학기상증착법을 사용하는 경우 본 발명의 산화 마그네슘 전구체를 포함하는 반응물 및 산소 함유 기체 또는 유기물을 반응기에 공급함으로써 다양한 기체 위에 산화 마그네슘을 포함하는 박막을 형성할 수 있는데, 본 발명의 산화 마그네슘 전구체는 열적 안정성과 높은 휘발성을 가지고 있기 때문에 다양한 조건에서 박막을 제조하는 것이 가능하고 또한 양질의 박막을 제조할 수 있다.

[0036] 또한 본 발명의 산화 마그네슘 전구체를 이용하여 ALD공정에 의해 산화마그네슘을 포함한 박막을 제조할 수 있는데, ALD공정에서 본 발명의 산화 마그네슘 전구체를 포함하는 반응물은 증착 챔버에 펄스 형태로 공급되며 상기 펄스가 웨이퍼 표면과 화학적 반응을 일으키며 정밀한 단층 막성장이 이루어진다. 본 발명의 산화 마그네슘 전구체는 열적 안정성과 높은 휘발성을 가지고 있기 때문에 ALD공정에 의해 쉽게 양질의 산화 마그네슘을 포함한 박막을 제조할 수 있다.

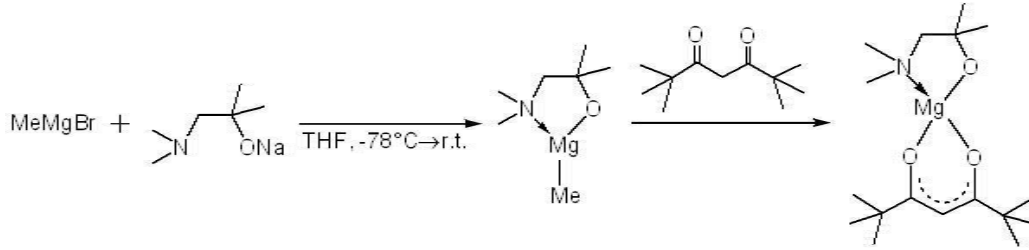
[0037] 본 발명은 하기의 실시예에 의하여 보다 더 잘 이해될 수 있으며, 하기의 실시예는 본 발명의 예시 목적을 위한 것이며 첨부된 특허청구범위에 의하여 한정되는 보호범위를 제한하고자 하는 것은 아니다.

[0038] 실시예

[0039] 산화 마그네슘 전구체 물질의 합성



[0040] 실시예 1: (1-디메틸아미노-2-메틸-2-프로폭시)(테트라메틸헥탄디온)마그네슘(II) [Mg(dmamp)(tmhd)]의 제조



[0041]

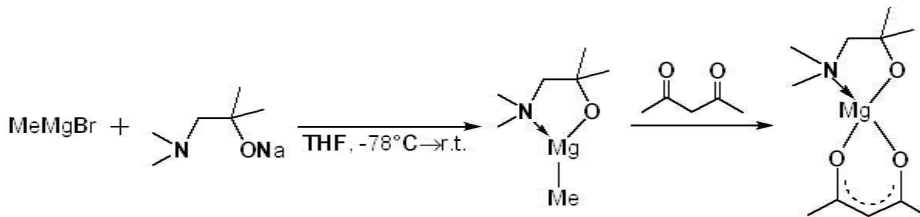
[0042] 125mL 슈링크 플라스크에 Na(dmamp) [1-디메틸아미노-2-메틸-2-프로폭시 나트륨, (1 g, 7.18 mmol, 1 eq)]를 THF에 녹인 후  $-78^{\circ}\text{C}$ 에서 MeMgBr (3.0M in Et<sub>2</sub>O) [2.39 mL, 7.18 mmol, 1 eq]를 천천히 첨가하여 실온에서 12시간 교반하였다. 이 혼합 용액에 tmhd (테트라메틸헥탄디온, 1.32 g, 7.18 mmol, 1 eq)를 천천히 첨가하여 실온에서 12시간 교반하고, 이 혼합물을 여과한 후 감압 하에서 용매를 제거하여 흰색 고체 화합물을 얻었다(1.4 g, 60.9 %).

[0043] 상기 얻어진 화합물 Mg(dmamp)(tmhd)에 대한 <sup>1</sup>H NMR, <sup>13</sup>C NMR 및 FT-IR를 도 1 내지 도 3에 각각 나타내었다.

[0044] <sup>1</sup>H NMR (C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 300.13MHz): δ 1.28 (s, 18H, <sup>t</sup>Bu), 1.31 (s, 6H, OC(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>), 2.12 (s, 6 H N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>), 2.15 (s, 2H, CCH<sub>2</sub>N), 5.82 (s, 1H, CH<sub>2</sub>C=O).

[0045] <sup>13</sup>C NMR (C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 75.04 MHz): δ 28.8, 32.9, 41.1, 47.3, 66.9, 72.9, 89.8, 201.1.

[0046] 실시예 2: (1-디메틸아미노-2-메틸-2-프로폭시)(아세틸아세톤)마그네슘(II) [Mg(dmamp)(acac)]의 제조



[0047]

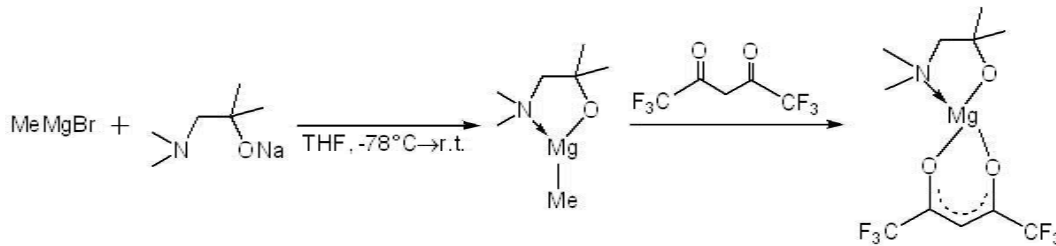
[0048] 125mL 슈링크 플라스크에 Na(dmamp) [1-디메틸아미노-2-메틸-2-프로폭시 나트륨, (1 g, 7.18 mmol, 1 eq)]를 THF에 녹인 후  $-78^{\circ}\text{C}$ 에서 MeMgBr (3.0M in Et<sub>2</sub>O) [2.39 mL, 7.18 mmol, 1 eq]를 천천히 첨가하여 실온에서 12시간 교반 하였다. 이 혼합 용액에 acac (아세틸아세톤, 0.719 g, 7.18 mmol, 1 eq)를 천천히 첨가하여 실온에서 12시간 교반하고, 이 혼합물을 여과한 후 감압 하에서 용매를 제거하여 흰색 고체 화합물을 얻었다(1.4 g, 68.9 %).

[0049] 상기 얻어진 화합물 Mg(dmamp)(acac)에 대한 <sup>1</sup>H NMR, <sup>13</sup>C NMR 및 FT-IR를 도 4 내지 도 6에 각각 나타내었다.

[0050] <sup>1</sup>H NMR (C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, 300.13MHz): δ 1.33 (s, 6H, OC(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>), 1.90 (s, 6H, CH<sub>3</sub>C=O), 2.10 (s, 6 H N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>), 2.16 (s, 2H, CCH<sub>2</sub>N), 5.37 (s, 1H, CH<sub>2</sub>C=O).

[0051]  $^{13}\text{C}$  NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 75.04 MHz):  $\delta$  28.1, 33.0, 47.2, 67.0, 72.8, 100.2, 191.5.

[0052] 실시예 3: (1-디메틸아미노-2-메틸-2-프로폭시)(헥사플루오로아세틸아세톤)마그네슘(II)  $[\text{Mg}(\text{dmamp})(\text{hfac})]$ 의 제조



[0053]

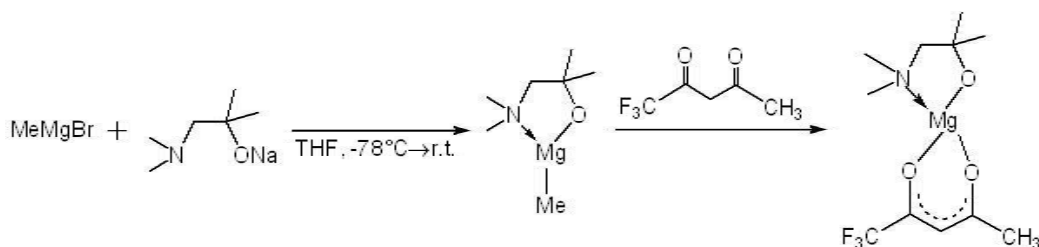
[0054] 125 mL 슈링크 플라스크에  $\text{Na}(\text{dmamp})$  [1-디메틸아미노-2-메틸-2-프로폭시 나트륨, (1 g, 7.18 mmol, 1 eq)]를 THF에 녹인 후  $-78^\circ\text{C}$ 에서  $\text{MeMgBr}$  (3.0M in  $\text{Et}_2\text{O}$ ) [2.39 mL, 7.18 mmol, 1 eq]를 천천히 첨가하여 실온에서 12시간 교반 하였다. 이 혼합 용액에 hfac (헥사플루오로아세틸아세톤, 1.49 g, 7.18 mmol, 1 eq)를 천천히 첨가하여 실온에서 12시간 교반하고, 이 혼합물을 여과한 후 감압 하에서 용매를 제거하여 점성 있는 옅은 노란색 고체 화합물을 얻었다(1.1 g, 44 %).

[0055] 상기 얻어진 화합물  $\text{Mg}(\text{dmamp})(\text{hfac})$ 에 대한  $^1\text{H}$ -NMR,  $^{13}\text{C}$ -NMR 및 FT-IR를 도 7 내지 도 9에 각각 나타내었다.

[0056]  $^1\text{H}$  NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 300.13MHz):  $\delta$  1.05 (s, 6H,  $\text{OC}(\text{CH}_3)_2$ ), 1.93 (s, 6 H  $\text{N}(\text{CH}_3)_2$ ), 1.93(s, 2H,  $\text{CCH}_2\text{N}$ ), 6.30 (s, 1H,  $\text{CH}_2\text{C}=\text{O}$ ).

[0057]  $^{13}\text{C}$  NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 75.04 MHz):  $\delta$  25.4, 47.6, 68.5, 89.9, 116.4, 120.2, 178.5.

[0058] 실시예 4: (1-디메틸아미노-2-메틸-2-프로폭시)(트리플루오로아세틸아세톤)마그네슘(II)  $[\text{Mg}(\text{dmamp})(\text{tfac})]$ 의 제조



[0059]

[0060] 125 mL 슈링크 플라스크에  $\text{Na}(\text{dmamp})$  [1-디메틸아미노-2-메틸-2-프로폭시 나트륨, (1 g, 7.18 mmol, 1 eq)]를 THF에 녹인 후  $-78^\circ\text{C}$ 에서  $\text{MeMgBr}$  (3.0M in  $\text{Et}_2\text{O}$ ) [2.39 mL, 7.18 mmol, 1 eq]를 천천히 첨가하여 실온에서 12시간 교반 하였다. 이 혼합 용액에 tfac (트리플루오로아세틸아세톤, 1.10 g, 7.18 mmol, 1 eq)를 천천히 첨가하여 실온에서 12시간 교반하고, 이 혼합물을 여과한 후 감압 하에서 용매를 제거하여 점성 있는 노란색 고체 화합물을 얻었다(1.34 g, 54 %).

[0061] 상기 얻어진 화합물  $\text{Mg}(\text{dmamp})(\text{tfac})$ 에 대한  $^1\text{H}$ -NMR,  $^{13}\text{C}$ -NMR 및 FT-IR를 도 10 내지 도 12에 각각 나타내었다.

[0062]  $^1\text{H}$  NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 300.13MHz):  $\delta$  1.17 (s, 6H,  $\text{OC}(\text{CH}_3)_2$ ), 1.73 (s, 3H,  $\text{CH}_3\text{C}=\text{O}$ ), 2.01 (s, 6 H  $\text{N}(\text{CH}_3)_2$ ), 2.32(s, 2H,  $\text{CCH}_2\text{N}$ ), 5.78 (s, 1H,  $\text{CH}_2\text{C}=\text{O}$ ).

[0063]  $^{13}\text{C}$  NMR ( $\text{C}_6\text{D}_6$ , 75.04 MHz):  $\delta$  25.7, 28.8, 47.1, 68.0, 95.6, 117.9, 121.7, 171.6, 199.6.

[0064] 실험예 1. 산화 마그네슘 전구체 물질의 분석

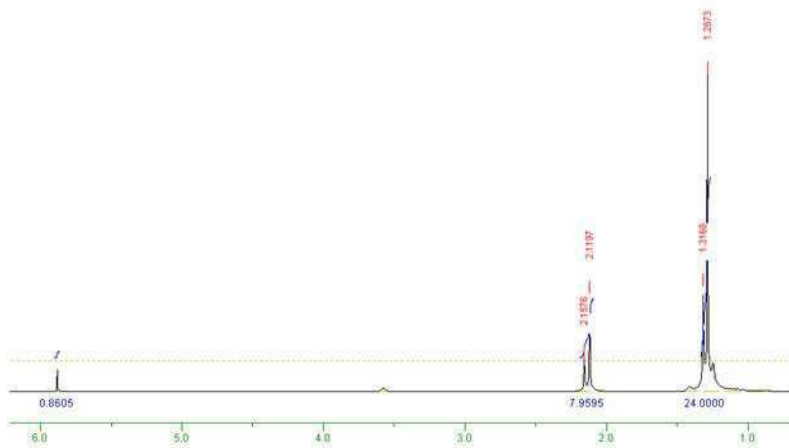
[0065] 상기 실시예 1의  $\text{Mg}(\text{dmamp})(\text{tmhd})$ 와 실시예 3의  $\text{Mg}(\text{dmamp})(\text{hfac})$ 의 열적 안정성 및 휘발성과 분해 온도를 측정하기 위해, 열무게 분석(thermogravimetric analysis, TGA)법을 이용하였다. 상기 TGA 방법은 생성물을  $10^\circ\text{C}/\text{분}$ 의 속도로  $900^\circ\text{C}$ 까지 가온 시키면서, 1.5bar/분의 압력으로 아르곤 가스를 주입하였다. 실시예 1에서 합성한 산화 마그네슘 전구체 화합물의 TGA 그래프를 도 13에, 또한, 실시예 3에서 합성한 산화 마그네슘 전구체 화합물의 TGA 그래프를 도 14에 도시하였다. 도 13에서 알 수 있듯이 실시예 1의 마그네슘 화합물은  $250^\circ\text{C}$ 부터 질량 감소가 일어났으며  $330^\circ\text{C}$ 에서 최종 잔여량이 9.0%로 관찰되었다.

[0066] 또한, 도 14에서와 같이 실시예 3에서 수득된 마그네슘 화합물은  $180^\circ\text{C}$ 부터 질량 감소가 일어났으며  $230^\circ\text{C}$  에서 58.7%의 잔여량이 남았고,  $340^\circ\text{C}$ 에서 최종 잔여량은 12.9%로 관찰되었다.

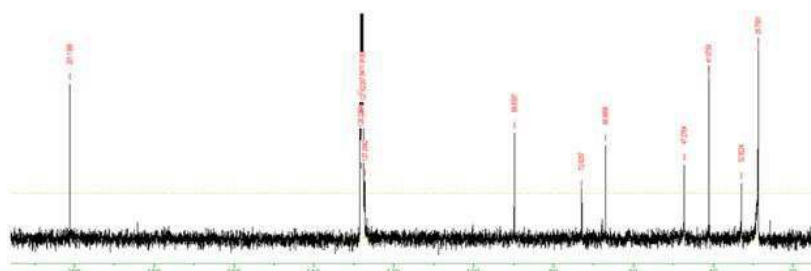
[0067] 또한 상기 TGA테이터로 본 발명의 화합물의 휘발성 정도가 양호하다는 것을 알 수 있다.

도면

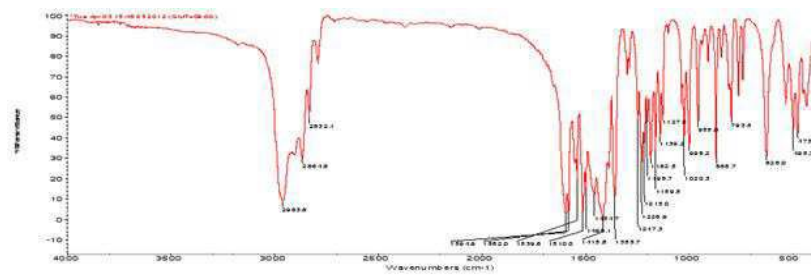
도면1



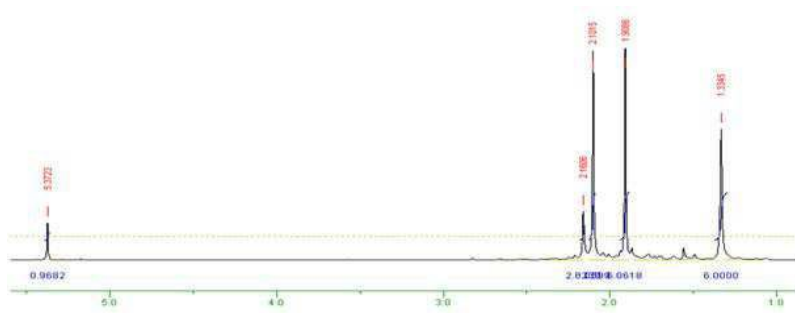
도면2



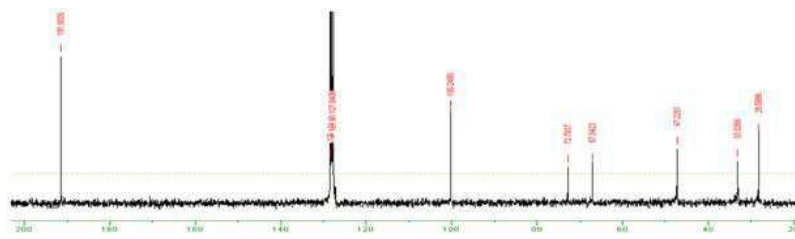
도면3



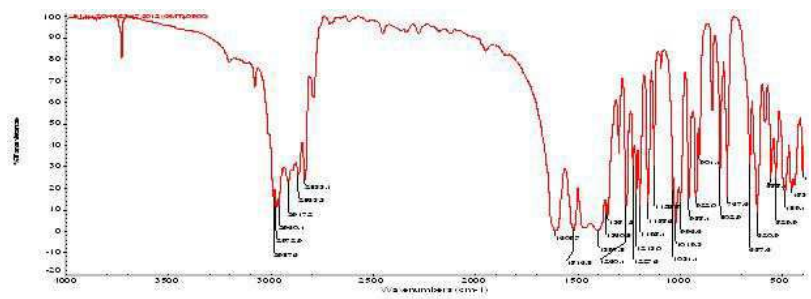
도면4



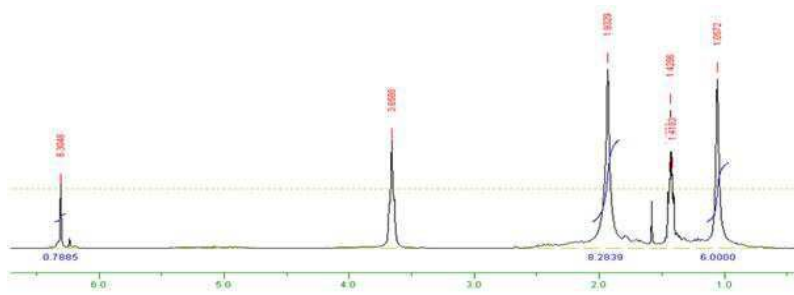
도면5



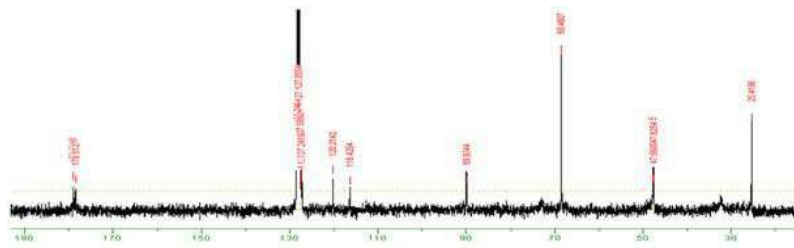
도면6



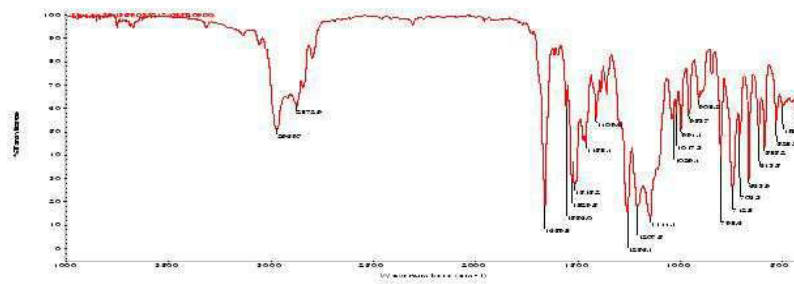
도면7



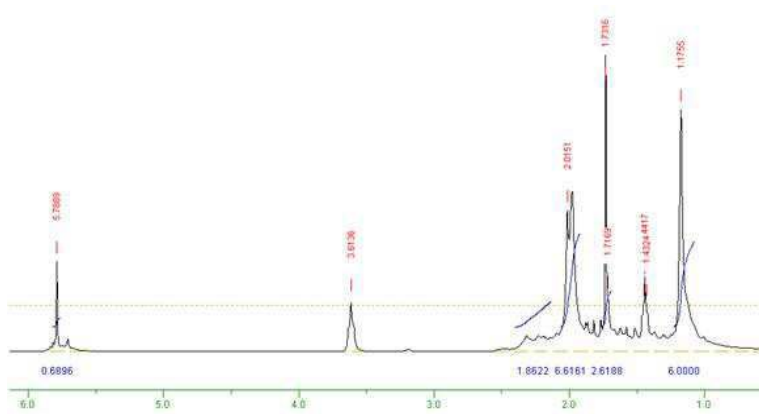
도면8



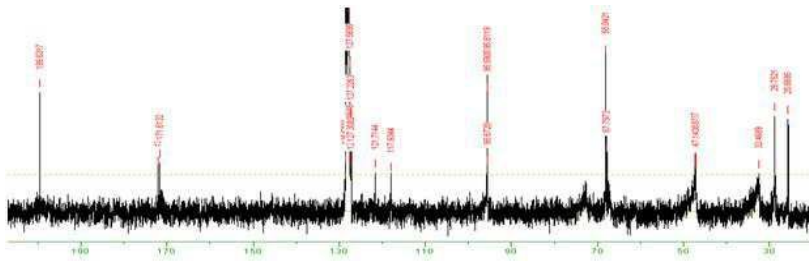
도면9



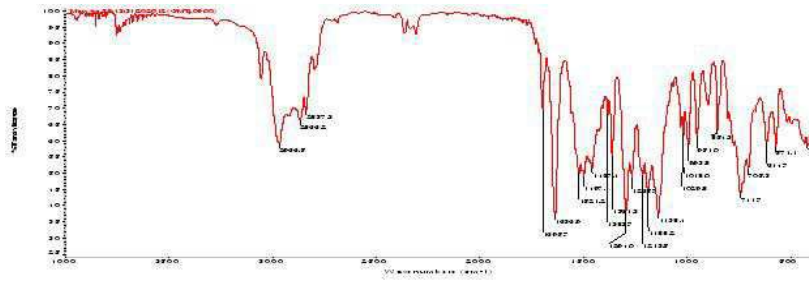
도면10



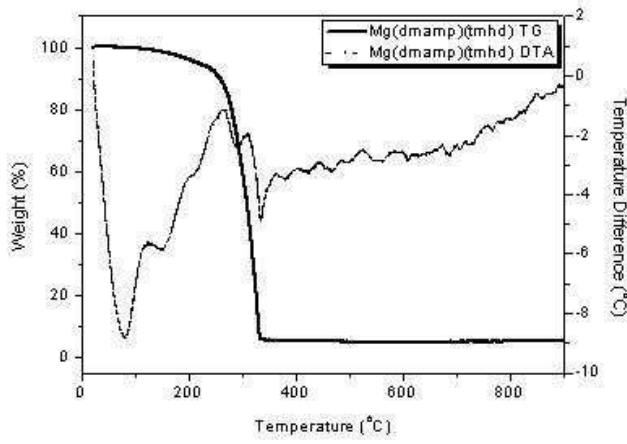
도면11



도면12



도면13



도면14

