

금속유기화학증착법으로 사파이어 기판에 증착된 단층 SiO₂, TiO₂ 저반사막의 광 투과율, 내열성, 기계적 특성에 관한 연구

심규인¹⁾ · 엄형우¹⁾ · 강 형²⁾ · 최세영^{*,1)}

¹⁾ 연세대학교 신소재공학과
²⁾ 국방과학연구소 제4기술연구본부

A Study on the Transmittance, Heat-Resistance, and Mechanical Properties of SiO₂, TiO₂ Anti-Reflective Single Layers Deposited on Sapphire Substrate by MOCVD

Gyu-In Shim¹⁾ · Hyengwoo Eom¹⁾ · Hyung Kang²⁾ · Se-Young Choi^{*,1)}

¹⁾ Department of Advanced Materials Science and Engineering, Yonsei University, Korea
²⁾ The 4th Research and Development Institute, Agency for Defense Development, Korea

(Received 17 February 2014 / Revised 16 June 2014 / Accepted 5 September 2014)

ABSTRACT

To improve sensing capability of infrared, heat-resistance and mechanical properties, the SiO₂ and TiO₂ anti-reflective layers were coated on sapphire substrate by MOCVD. The standard wavelength was 4,600nm, and the thickness of anti-reflective layers were 379 and 758nm in case of $\lambda/4$ and $\lambda/2$ of incident angle(65°), respectively. The SiO₂ and TiO₂ anti-reflective layers were coated 12.6 and 9.7nm/min of deposition rates by increasing oxygen pressure to set the ideal refractive index of 1.283. In case of SiO₂($\lambda/2$) coating, the transmittance increased from 55.0 to 62.7%. The transmittance of TiO₂($\lambda/2$) anti-reflective layer also increased from 55.0 to 64.8%. The flexural strength of SiO₂($\lambda/2$) and TiO₂($\lambda/2$) layer coated sapphire increased from 337.8 to 362.9 and 371.8MPa, respectively. The flexural strength at 500°C of these materials also increased respectively to 304.5, 358.2MPa from 265.9MPa. From these results, we confirmed these materials can be used as transmission window of infrared light.

Key Words : Anti-Reflective Coating(저반사 코팅), Sapphire(사파이어), Transmittance(투과율)

1. 서론

적외선 영역에서 투과창으로 사용되는 사파이어(sapphire)는 단결정 알루미늄산화물(Al₂O₃)이며, c축으로 성장된 육방정(Hexagonal) 구조이다. 사파이어는 규칙적인 원자배열과 결합의 부재로 적외선 영역에서 광 산란 인자가 적어서, 광 투과성이 우수하고, 저온 및 고온

* Corresponding author, E-mail: sychoi@yonsei.ac.kr
Copyright © The Korea Institute of Military Science and Technology

안정성을 갖고 있으며, 모스 경도(Mohs hardness)가 9로써 다이아몬드 다음으로 높고, 기계적 성질이 매우 우수하다^[1]. 특히, 적외선 투과창으로 널리 이용되는 사파이어 단결정은 중적외선 영역(3~5μm)에서 86.2%의 광 투과율을 나타내며, 반사율은 13.8%이다. 하지만, 정보의 교환 및 통신을 위해서는 반사에 의한 적외선 손실을 감소시켜 더욱 정밀하고 민감한 적외선 감지능을 확보할 필요가 있다.

광 투과율을 향상시키는 방법인 열처리와 에칭(Etching)은 사파이어 표면의 균열(Crack)을 제거하여 표면에서의 반사를 감소시키는 방법이며^[2,3], 저반사막 코팅은 사파이어 기판 위에 단층 또는 다층의 박막을 증착하여 사파이어 기판과 코팅된 박막층 사이에 발생하는 빛의 간섭효과를 이용하여 사파이어 표면의 반사를 감소시켜 광 투과율을 증가시키는 방법이다^[4]. 저반사막 코팅시 박막 내부의 열팽창률 차이에 따른 계면 탈리(Adhesion failure)가 발생할 우려가 있으며, 특히, 다층 저반사막 일 경우 박막과 박막의 계면에서 박리현상, 균열 등의 문제가 발생할 가능성이 높다.

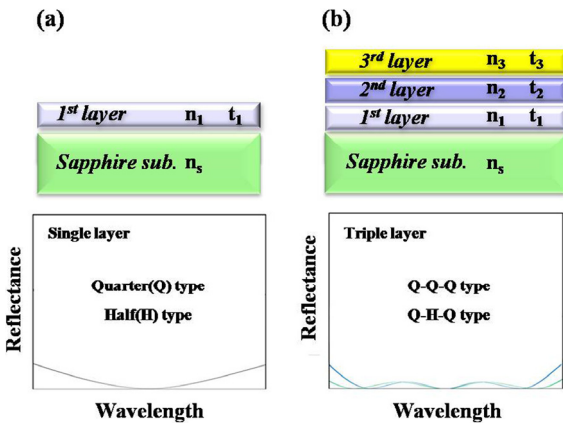


Fig. 1. Reflectance of anti-reflective coating film with (a) single layer, (b) triple layer on sapphire substrates

Fig. 1과 같이 단층 저반사막 코팅시에는 공정시간이 단축되고, 박막간의 박리현상이 없지만, 저반사 효과를 극대화하기 위해서는 다공성 박막을 증착해서 레일리(Rayleigh) 공식^[5]을 만족하는 저반사막의 굴절률과 두께 조절이 필요하다. Fig. 1(a)의 단층 저반사막 코팅시 아래와 같은 공식 (1)과 (2)를 동시에 만족해야 한다.

$$n_1 = \sqrt{n_s} \tag{1}$$

$$n_1 t_1 = \frac{\lambda}{4} = \frac{\lambda}{2} \tag{2}$$

여기서, n₁, t₁은 단층 저반사막의 굴절률(Refractive index)과 두께이며, n_s는 사파이어의 굴절률이고, λ는 기준파장(Standard wavelength), 입사파장은 λ/4, λ/2 두 가지로 설계가 가능하다. 반면에, Fig. 1(b)와 같이 다층 저반사막 코팅시 후보 재료가 대한 선택 범위가 넓고, 투과율이 향상되는 파장대가 넓어지는 장점이 있지만, 박막의 접착력에 대한 문제점과 공정시간이 길어지는 단점이 있어 본 실험에서는 단층 저반사막을 사파이어 기판에 코팅하였다.

저반사막 설계시 기계적 물성 향상 및 열적 안정성을 위해 코팅재료의 선택과 공정 조건의 최적화가 필요하며, 다양한 분야에 적용하기 위해서는 코팅 박막의 내구성 확보와 함께, 광 투과율 및 기계적 성질이 우수하고, 용점이 높은 산화물계 원료를 선택하는 저반사막 코팅 기술에 대한 연구가 필요하다. 본 연구는 사파이어 기판에 다공성의 단층 저반사막을 MOCVD를 이용하여 증착 후, 광 투과율을 측정하여 저반사막 코팅 최적 조건을 확보하고, 박막과 기판의 열팽창 계수 차이에 따른 압축 및 인장응력을 형성시켜 기계적 성질을 평가하여 고감도 적외선 투과창으로 활용 가능한 최적 공정을 확보하는 연구를 진행하였다.

2. 실험방법

실험에 사용된 사파이어(Sapphire technology Co., Ltd, Korea)의 기본 물성은 Table 1과 같다.

Table 1. Properties of parent sapphire

Parameters	Properties
Transmittance T	86.2% (3~5μm)
Refractive index n	1.646
Density ρ	3.98g/cm ³
Thermal expansion coefficient α	6.60×10 ⁻⁶ /K
Bending strength σ	337.8MPa
Vickers hardness H _v	1599.5kg/mm ²
Fracture toughness K _{IC}	1.5509MPa·m ^{1/2}

3.0mm 두께의 사파이어에서 특정 입사각도에 따른 저반사막 코팅 설계시 저반사 효과를 극대화하기 위해서 입사빔의 각도를 65°로 고정할 때, 입사빔의 길이 변화를 Fig. 2와 같이 확인하였다. Fig. 2(b)와 같이 65°로 입사하는 경우 저반사막의 두께 설계시 실제 설계된 두께보다 $\sin 25^\circ (=0.423)$ 의 값만큼 감소한 두께로 증착해야 Rayleigh 공식을 만족하는 저반사막을 확보할 수 있다.

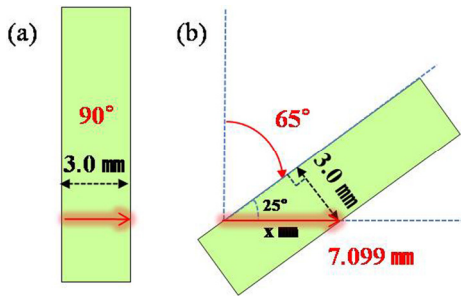


Fig. 2. Path of 65° tilted light incident on anti-reflective coated sapphire

적외선 투과 저반사막 재료는 Table 2와 같이 투과율 향상뿐만 아니라, 사파이어 기판과의 열팽창계수 차이를 이용하여 표면을 강화시킬 수 있는 SiO₂와 TiO₂ 산화물계 하드코팅(Hard-coating) 재료를 선택하여 증착하였다.

Table 2. Properties of AR-coating films

Source	Thermal expansion coefficient α ($10^{-6}/K$)	Refractive index n (at 4.6 μ m)
TEMS(SiO ₂)	0.55	1.399
Sapphire sub.	6.60	1.646
TDMAT(TiO ₂)	9.00	2.590

사파이어 기판의 열팽창 계수는 $6.60 \times 10^{-6}/K$ 이며, 기판보다 열팽창 계수가 작은 SiO₂ 박막을 증착할 경우 사파이어 표면에는 압축응력(Compressive stress) 층이 형성되고, 열팽창 계수가 큰 TiO₂ 박막을 증착할 경우 인장응력(Tensile stress)을 형성시킨다^[6]. 표면에 형성된 인장 및 압축응력은 Strain viewer(Mitsubishi, 4XFL6, Japan)를 통해서 확인하였다.

증착은 MOCVD(Daedong Hi-Tec., Korea)를 이용하여 Tris(ethylmethylamino)silane(TEMS 전구체)와 Tetrakisdimethylaminotitanium(TDMAT 전구체)를 각각 SiO₂와 TiO₂의 화학무기원료로 사용하였다. 이들 두 원료의 기화점은 각각 170°C, 50°C이며, 증기압은 각각 20°C에서 1.2torr, 0.1torr이다.

아래 Table 3은 MOCVD를 이용한 저반사막 증착 조건을 나타내었다. TEMS와 TDMAT 원료를 이용하여 기준파장 4,600nm로 설정 후, $\lambda/4$ 와 $\lambda/2$ 입사파장 기준으로 Rayleigh 공식에 따라 두께를 설계하였다. SiO₂와 TiO₂ 저반사막 코팅을 위해서 O₂ gas flow를 각각 25~45sccm과 30~70sccm 범위로 조절하여 식(1), (2)를 만족하는 굴절률 값으로 조절하였으며, 저반사막의 굴절률은 Spectroscopic ellipsometry(SE MG-1000, Nano View, Korea)로 확인하였다. 저반사막 증착 후 박막의 두께는 Surface profiler(KLA-Tencor, AS500, USA)로 확인하였다.

Table 3. Design of AR-coating single layer with different precursors by MOCVD

Type	* λ	Gas flow (Ar/O ₂ , sccm)	Temp. of chamber (°C)	Deposition rate (nm/min)	**t (nm)
SiO ₂	$\lambda/4$	65/45	400	12.6	379
	$\lambda/2$	65/45	400	12.6	758
TiO ₂	$\lambda/4$	40/70	275	9.7	379
	$\lambda/2$	40/70	275	9.7	758

* λ : Incident wavelength

**t : Thickness of AR-coated film

저반사막 코팅된 사파이어의 기계적 성질을 평가하기 위해서 사파이어 시편을 직육각형 $3 \times 4 \times 36 \text{mm}^3$ 의 크기로 절단 후 SiC 사포를 이용하여 #400에서 2,000까지 옆면 및 모서리 부분을 연마하였다. 3점 굽힘 강도(3-point bending strength, σ)는 만능시험기(H10K-C, Hounsfield, U.K.)를 이용해서 상온, 200°C, 500°C에서 측정하였고, 다음의 식 (3)으로 계산하였다^[7].

$$\sigma = \frac{3PL}{2wt^2} \tag{3}$$

금속유기화학증착법으로 사파이어 기판에 증착된 단층 SiO₂, TiO₂ 저반사막의 광 투과율, 내열성, 기계적 특성에 관한 연구

여기서, P는 최대 하중, L은 외부간격, w는 시편의 폭, t는 사파이어 시편의 두께이다. 표면의 비커스 경도(Vickers hardness, H_V)는 Vickers micro hardness tester (MXD-CX3E, Matsuzawa, Japan)를 사용하여 1,000gf의 하중으로 30초간 유지하여 아래의 식 (4)와 같이 계산하였다^{8,9)}.

$$H_V = 0.4636 \frac{P}{a^2} \quad (4)$$

P는 압흔의 하중, a는 압흔 자국의 대각선 길이이다. 파괴인성(Fracture toughness, K_{IC})은 아래 식 (5)로 평가하였다^{8,9)}.

$$K_{IC} \left(\frac{\Phi}{H_V} \right) a^{\frac{1}{2}} = 0.15 K \left(\frac{c}{a} \right)^{-\frac{3}{2}} \quad (5)$$

Φ는 억제상수(≈3), H_V는 비커스 경도, a는 압흔의 대각선 길이, K는 상수(≈3.2), c는 균열 길이이다.

단층 저반사막이 코팅된 사파이어의 광 투과율은 fourier transform infrared spectroscopy spectrometer(FT-IR, Bruker Optics, Vertex70, Germany)으로 2,500에서 7,000 nm의 파장 범위에서 He-Ne 레이저를 광원으로 scan speed는 2mm/sec, 반복횟수 20회로 측정하였다. 코팅된 박막의 표면 거칠기는 Atomic force microscope(AFM, XE-100, Korea)을 이용하여 1.0μm² 범위에서 중심선 평균 거칠기(R_a)와 최대높이 거칠기(R_z)를 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 SiO₂와 TiO₂ 저반사막 코팅 및 광 투과율

Fig. 3과 같이 SiO₂와 TiO₂ 저반사막 코팅시 요구되는 사파이어 기판과의 굴절률을 맞추기 위해 MOCVD 내 혼입되는 O₂ gas mass flow를 증가시켜 다공성 박막을 증착하였다.

증착된 박막의 굴절률을 ellipsometry로 측정한 결과 두 가지 원료 모두 O₂ gas flow가 증가할수록 굴절률이 감소하였다. SiO₂ 박막은 Ar 혼입량을 65sccm으로 고정 후 O₂ gas flow를 25에서 45sccm까지 증가시키면 굴절률이 1.302에서 1.283까지 감소하였고, TiO₂ 박막은 Ar 혼입량을 40sccm으로 고정하고, O₂ gas flow를 30에서 70sccm까지 크게 증가시킨 결과 굴절률은

1.617에서 1.284까지 감소하였다. 또한, 저반사막 증착시 O₂ gas mass flow가 증가할수록 다공성의 박막으로 증착되어 증착속도도 함께 감소하는 경향을 확인하였다. SiO₂ 박막은 O₂ gas flow가 45sccm일 경우, 박막의 증착속도는 12.6nm/min으로 나타났고, TiO₂ 박막의 경우, O₂ 70sccm에서 9.7nm/min으로 증착되었다.

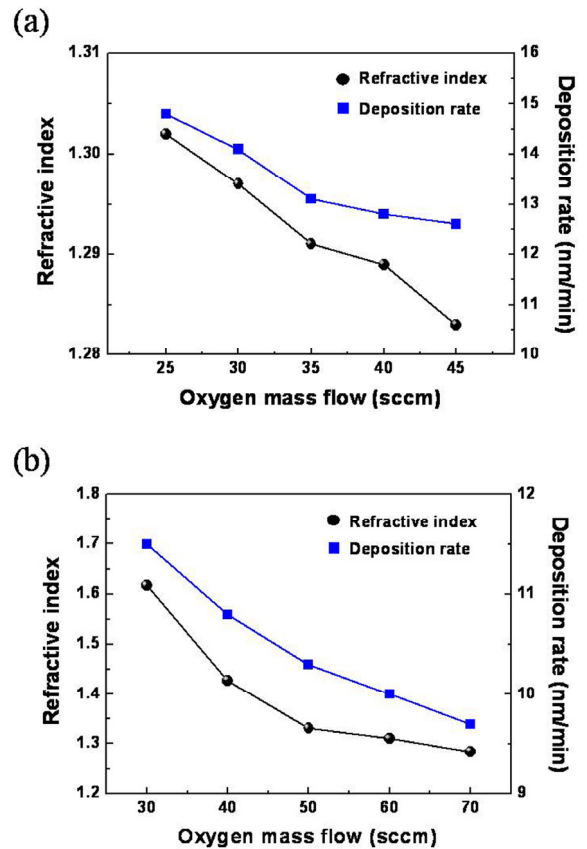


Fig. 3. Refractive index and deposition rate of (a) SiO₂ and (b) TiO₂ coating films of with various oxygen mass flows

Fig. 4는 65° 기울기로 설계한 SiO₂와 TiO₂ 저반사막 코팅된 사파이어의 광 투과율 측정 결과이다. Fig. 4(a)와 같이 일반 사파이어 및 SiO₂의 입사(λ/2, λ/4) 파장에 따라 두께를 조절한 저반사막 코팅된 사파이어의 광 투과율을 측정한 결과 SiO₂(λ/2) 코팅시 55.0에서 62.7%까지 7.7% 증가하였다. 또한, Fig. 4(b)는 TiO₂의 입사파장(λ/2, λ/4)에 따라 증착한 저반사막의 광 투과율이며, 일반 사파이어와 비교시 TiO₂(λ/2) 코

당시 55.0부터 64.8%까지 9.8% 증가하여, 저반사막 효과를 확인할 수 있었다. SiO₂와 TiO₂ 저반사막 코팅시 광 투과율이 향상된 이유는, 굴절률을 O₂ gas mass flow에 따라 미세 조정하여 Rayleigh 공식을 만족시켰고, 입사파장($\lambda/2$, $\lambda/4$)에 따라 설계된 두께를 Surface profiler로 확인하며 758, 379nm으로 정확하게 증착하였기 때문이다.

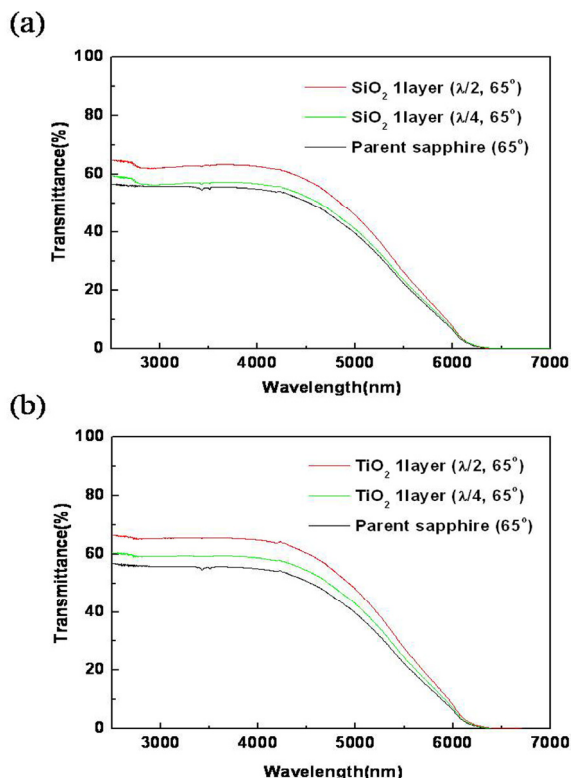


Fig. 4. Transmittance of AR-coating films of (a) SiO₂ and (b) TiO₂ precursor with various wavelength of incidence

Fig. 5는 입사파장($\lambda/2$, $\lambda/4$)에 따라 증착된 SiO₂와 TiO₂ 박막의 표면 거칠기를 측정된 결과이다. 일반 사파이어의 R_a(0.478nm) 값과 비교하여 저반사막의 R_a 값은 0.456에서 0.508nm으로 큰 변화 없이 균일하게 증착되었음을 확인하였다. 또한 일반 사파이어의 R_z 값인 4.924nm와 비교하여 저반사막 코팅시 1.983에서 2.365nm의 최대 높이 거칠기 값을 나타내어 저반사막 증착과 함께 표면 거칠기 값이 감소하여 광 투과율 향상에 기여한 것을 확인할 수 있다.

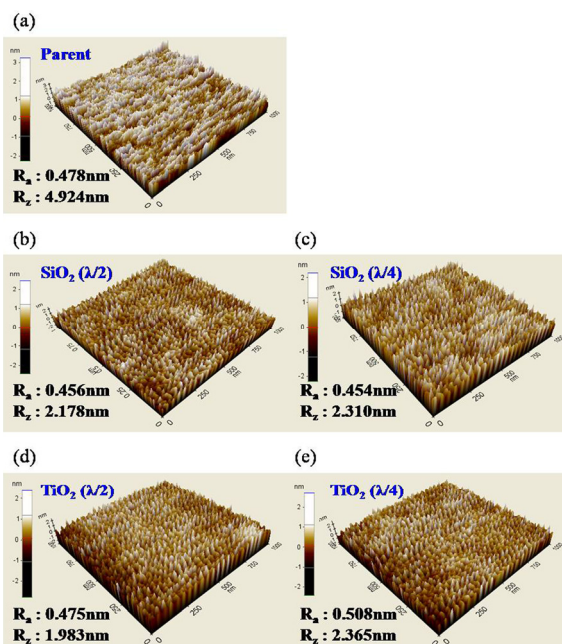


Fig. 5. Surface roughness of AR-coating films with different precursors (a) Parent sapphire, (b) SiO₂ ($\lambda/2$), (c) SiO₂($\lambda/4$), (d) TiO₂($\lambda/2$) and (e) TiO₂($\lambda/4$)

Fig. 5는 입사파장($\lambda/2$, $\lambda/4$)에 따라 증착된 SiO₂와 TiO₂ 박막의 표면 거칠기를 측정된 결과이다. 일반 사파이어의 R_a(0.478nm) 값과 비교하여 저반사막의 R_a 값은 0.456에서 0.508nm으로 큰 변화 없이 균일하게 증착되었음을 확인하였다. 또한 일반 사파이어의 R_z 값인 4.924nm와 비교하여 저반사막 코팅시 1.983에서 2.365nm의 최대 높이 거칠기 값을 나타내어 저반사막 증착과 함께 표면 거칠기 값이 감소하여 광 투과율 향상에 기여한 것을 확인할 수 있다.

3.2 SiO₂와 TiO₂ 저반사막의 기계적 성질

Fig. 6은 일반 사파이어 및 SiO₂와 TiO₂ 저반사막이 ($\lambda/2$) 코팅된 사파이어의 측면을 strain viewer로 관찰한 단면응력 사진이다. 검광자(Analyzer)를 반시계방향으로 돌린 후 관찰하였으며, 이때 소광된 부위가 압축 응력 층을 나타내고, 반대로 밝은 부위는 인장응력을 나타낸다. 사파이어 기판($6.60 \times 10^{-6}/K$) 보다 열팽창 계수가 낮은 SiO₂($0.55 \times 10^{-6}/K$) 박막을 코팅한 사파이어 시편은 소광된 압축응력 층이 0.7mm 씩 양 측면에 나타난 것을 확인할 수 있으며, 반대로 열팽창 계수가 큰 TiO₂($9.00 \times 10^{-6}/K$) 박막 코팅시 사파이어 기판의 표

면에서 0.3mm의 인장응력(밝은 부위) 층이 형성되었다. 그리고 일반 사파이어에 나타난 양면의 소광 부위는 시편 준비과정에서 모서리 부분의 연마(Polishing)된 부분이 치밀해져서 굴절률의 증가로 소광된 것으로 판단된다.

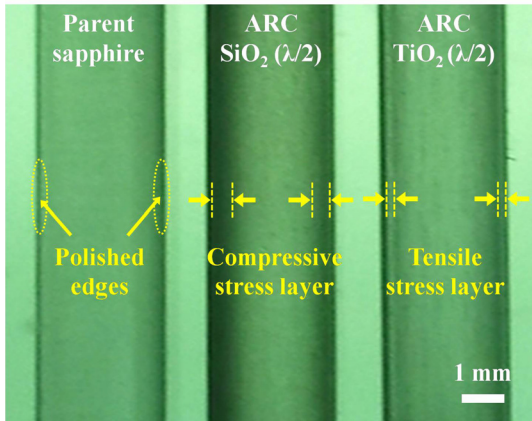


Fig. 6. Image of the strain viewer of (a) Parent, (b) SiO₂(λ/2), and (c) TiO₂(λ/2) coated films on sapphire substrates

Fig. 7은 입사파장(λ/2, λ/4)에 따라 증착된 SiO₂와 TiO₂ 저반사막과 일반 사파이어의 3점 굽힘 강도를 상온, 200℃, 500℃에서 측정한 결과이다. 상온 굽힘 강도는 일반 사파이어가 337.8MPa으로, SiO₂ 저반사막 코팅된 사파이어의 경우, 입사파장에 따라 λ/4(379nm)는 345.3MPa, λ/2(758nm)는 362.9MPa으로 증가하였다. TiO₂ 저반사막의 경우 λ/4에서 349.7MPa, λ/2에서 371.8MPa으로 상온 굽힘 강도가 일반 사파이어보다 증가하였고, 저반사막의 증착두께가 두꺼워질수록 굽힘강도 역시 증가하였다. 상온에서 500℃까지 온도가 증가할수록 일반 사파이어의 굽힘 강도는 337.8에서 265.9MPa까지 21.3% 정도 감소하지만, TiO₂(λ/2) 저반사막 코팅된 사파이어의 경우 상온 및 500℃에서의 굽힘 강도 값은 각각 371.8, 358.2MPa으로 3.7%의 감소를 보여서 저반사막 코팅된 사파이어의 고온에서 굽힘 강도의 감소폭이 줄어든 것을 확인하였다. 또한 동일한 저반사막 코팅 박막의 경우 증착 두께가 증가할수록 상온에서 온도를 증가시켜 실험한 굽힘 강도의 감소폭이 줄어드는 경향도 확인할 수 있었다. 이것은 산화물계 저반사막 코팅시 내열성이 향상된 것과 동시에 표면에 생성된 응력층의 영향으로 굽힘 강도

측정시 인가되는 하중에 대한 저항력이 증가하여 결과적으로 강도를 증가시킨 것으로 판단된다.

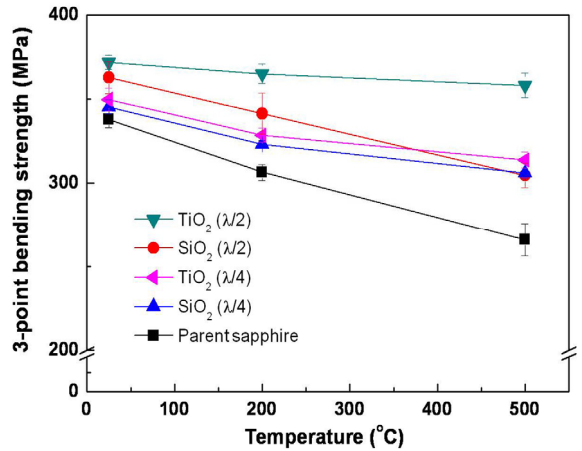


Fig. 7. 3-point bending strength values of parent, AR-coating films on sapphire substrates with various temperatures(R.T, 200℃, and 500℃)

3점 굽힘강도 측정시 시편에 하중이 인가되기 시작하면 시편 상부에는 압축응력, 하부에 인장응력이 형성되고 하중이 시편의 항복강도까지 증가하다가 하부 지점에서 먼저 파단이 발생하게 된다. 따라서, 압축응력 층이 형성된 시편의 굽힘 강도는 하부 인장응력에 대한 저항이 증가하여 강도가 함께 증가하는 것으로 많이 보고되고 있다. 하지만, 코팅 물질의 조성과 열팽창계수에 따라 인장응력 층이 형성된 시편에서도 굽힘 강도 측정시 상부에 인가되는 압축응력에 대한 저항이 증가하게 되어 강화 효과를 확보할 수 있다. Waibel^[10]의 연구에서도 압축과 인장응력 층이 형성된 사파이어를 분석한 결과 기판과 코팅 물질의 종류, 증착 조건에 따라 응력 층의 종류에 관계없이 높은 강도, 경도, 파괴인성 그리고 내열성이 확보된 Hard-coating 기능을 갖는 사파이어 기판 확보가 가능한 것으로 보고되었다. 따라서, TiO₂(λ/2) 저반사막 코팅으로 인장응력 층이 형성된 시편의 강도가 압축응력 층이 형성된 SiO₂(λ/2) 저반사막 시편보다 측정 온도별로 최대 2.5%까지 더 증가한 것으로 판단된다. 또한, O₂ gas flow를 조절하면서 증착된 저반사막이 비정질 상으로 증착되면서 항복강도에 영향을 주는 표면의 미세균열이나 결함을 코팅 층이 덮어 균열의 전파를 방지하는 효과도 작용한 것으로 판단된다.

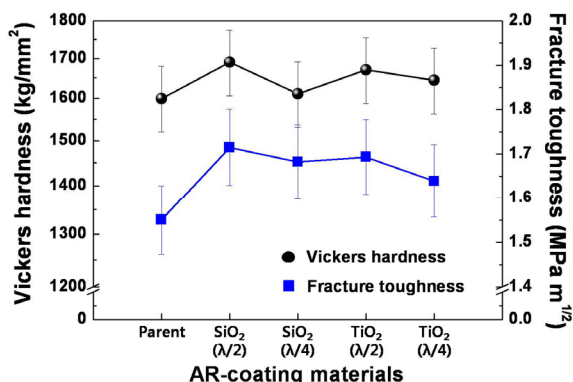


Fig. 8. Vickers hardness and fracture toughness of parent, AR-coating films on sapphire substrates with various coating conditions

Fig. 8은 일반 사파이어 및 SiO₂와 TiO₂ 저반사막이 코팅된 사파이어의 비커스 경도 및 파괴인성을 측정 한 결과이다. 일반 사파이어 대비 SiO₂(λ/2) 코팅된 사 파이어에서 비커스 경도가 최대 1599.5에서 1690.1 kg/mm²으로 5.7% 증가하였으며, 파괴인성도 1.5509에서 1.7151MPa·m^{1/2}으로 10.6% 증가하였다. TiO₂(λ/2) 코팅된 사파이어의 비커스 경도는 일반 사파이어와 비교하면 1599.5에서 1670.6kg/mm²으로 4.4% 증가하였 으며, 파괴인성은 1.5509에서 1.6933MPa·m^{1/2}으로 9.2% 증가하였다. 경도 및 파괴인성은 압축응력 층이 형성 된 SiO₂(λ/2) 코팅 사파이어가 인장응력 층이 형성된 TiO₂(λ/2) 코팅 사파이어 시편보다 2% 정도 증가하였 다. 이것은 표면에 국부적인 하중을 인가할 때 압축응 력 층이 표면에서부터 깊게 (0.7mm) 형성된 SiO₂ 저 반사막 시편은 하중에 대한 저항성이 증가하여 압흔 크기가 감소하게 되었고, 코팅된 박막이 균열 전파를 제한하여 파괴인성도 함께 증가하였다.

4. 결론

정밀한 적외선 감지능을 갖는 사파이어 투과창 개발 을 위해 MOCVD를 이용하여 사파이어 기판에 SiO₂와 TiO₂ 단층 저반사막을 코팅하였다. 65°의 입사각도에서 기준파장 4,600nm로 설정 후, Rayleigh 공식에 따라 λ/4와 λ/2 입사파장 기준으로 각각 379, 758nm의 두께 로 증착하였다. SiO₂와 TiO₂ 저반사막의 굴절률은 O₂ gas flow를 조절하여 각각 1.283, 1.284까지 감소시켰

고, 각 박막의 증착속도는 12.6, 9.7nm/min으로 나타났 다. SiO₂(λ/2) 저반사막의 광 투과율이 55.0에서 62.7% 까지 7.7% 증가하였고, TiO₂(λ/2) 저반사막 증착시 55.0 에서 64.8%까지 9.8% 증가하였다. 증착된 저반사막의 표면 거칠기는 일반 사파이어(0.478nm) 대비 0.456에서 0.508nm의 범위로 균일하게 증착되었다. Strain viewer 를 이용하여 단면응력 층을 확인한 결과, SiO₂(λ/2) 코팅한 사파이어는 양면에 0.7mm씩 압축응력 층이 형성 되었고, TiO₂(λ/2) 코팅한 사파이어에서는 0.3mm 인장 응력 층이 형성되었다. 따라서, 일반 사파이어 대비 TiO₂(λ/2) 저반사막 코팅된 3점 굽힘 강도는 상온에서 337.8에서 371.8MPa까지 증가하였고, 500℃의 고온 굽 힘 강도는 265.9에서 358.2MPa으로 증가하였다. 저반 사막 코팅시 형성된 박막이 균열의 전파를 방지하고, 응력층의 형성으로 항복강도가 증가하였다. 경도 및 파괴인성은 SiO₂(λ/2) 코팅된 사파이어의 압축응력 층 의 형성으로 일반 사파이어 대비 경도는 1599.5에서 1690.1kg/mm², 파괴인성은 1.5509에서 1.7151MPa·m^{1/2}으로 증가하였다. 따라서, 단층 SiO₂, TiO₂ 저반사막을 사파이어에 코팅시 우수한 광 투과율, 기계적 성질, 내 열성을 갖는 적외 투과창으로 활용 가능할 것으로 판 단된다.

후 기

본 연구는 국방과학연구소의 지원에 의해 수행되었 습니다.

References

- [1] R. L. Callender and A. R. Barron, "Formation and Evaluation of Highly Uniform Aluminate Interface Coatings for Sapphire Fiber Reinforced Ceramic Matrix Composites(FRCMCs) using Carboxylate-Alumoxane Nanoparticles," Journal of Materials Science, Vol. 36, No. 20, pp. 4977-4987, 2001.
- [2] P. D. Ownby and J. Liu, "Surface Energy of Liquid Copper and Single-Crystal Sapphire and the Wetting Behavior of Copper on Sapphire," Journal of Adhesion Science and Technology, Vol. 2, No. 1, pp. 255-269, 1988.

- [3] S. H. Park, H. Jeon, Y. J. Sung and G. Y. Yeom, "Refractive Sapphire Microlenses Fabricated by Chlorine-Based Inductively Coupled Plasma Etching," *Applied Optics*, Vol. 40, No. 22, pp. 3698-3702, 2001.
- [4] R. M. Verdaasdonk, F. W. Cross and C. Borst, "Physical Properties of Sapphire Fibretips for Laser Angioplasty," *Lasers in Medical Science*, Vol. 2, No. 3, pp. 183-188, 1987.
- [5] E. Spiller, I. Hailer, R. Feder, J. E. E. Baglin and W. N. Hammer, "Graded-Index AR Surfaces Produced by Ion Implantation on Plastic Materials," *Applied Optics*, Vol. 19, No. 17, pp. 3022-3026, 1980.
- [6] C. M. Liu, J. C. Chen, L. J. Hu and S. P. Lin, "The Effect of Annealing, Precipitation Strengthening, and Compressive Coating Processes on Sapphire Strength," *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 420, No. 1, pp. 212-219, 2006.
- [7] V. S. Deshpande and N. A. Fleck, "Collapse of Truss Core Sandwich Beams in 3-point Bending," *International Journal of Solids and Structures*, Vol. 38, No. 36, pp. 6275-6305, 2001.
- [8] J. Gong, J. Wu and Z. Guan, "Examination of the Indentation Size Effect in Low-Load Vickers Hardness Testing of Ceramics," *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 19, No. 15, pp. 2625-2631, 1999.
- [9] T. Y. Kim, G. I. Shim, and S. Y. Choi, "Effect of SLS Glass for Bulletproof Materials by Ion Exchange Technique," *Journal of the Korea Institute of Military Science and Technology*, Vol. 13, No. 1, pp. 114-119, 2010.
- [10] M. Friz and F. Waibel, "Coating Materials. In *Optical Interference Coatings*," Springer Berlin Heidelberg, pp. 105-130, 2003.