Regular Paper
J. KIEEME
Vol. 26, No. 3, pp. 183-189, March 2013
DOI: http://dx.doi.org/10.4313/JKEM.2013.26.3.183

GeSbSe계 기반 8~12 ㎛ 파장대역 적외선 광학 렌즈 제작 및 비구면 렌즈 가공기술 개발

배동식[1], 여종빈[2], 한상현[3], 이현용[4,a]

[1] 전남대학교 신화학소재공학과
[2] 전남대학교 촉매연구소
[3] ㈜프리시젼옵텍스
[4] 전남대학교 응용화학공학부

Material Properties of GeSbSe Chalcogenide Glass and Fabrication Process for 8~12 ㎛ IR Region Aspherical Optical Lens

Dong-Sik Bae[1], Jong-Bin Yeo[2], Sang-Hyun Han[3], and Hyun-Yong Lee[4,a]

[1] Department of advanced Chemical and Engineering, Chonnam National University, Gwangju 500-757, Korea
[2] The Research Institute for Catalysis, Chonnam National University, Gwangju 500-757, Korea
[3] Precision Optechs Co. Ltd., Gwangju 500-460, Korea
[2] Faculty of Applied Chemical Engineering, Chonnam National University, Gwangju 500-757, Korea

(Received January 14, 2013; Revised February 24, 2013; Accepted February 24, 2013)

Abstract: The chalcogenide glass has superior optical properties in IR region transmittances. We have determined the composition of GeSbSe chalcogenide glass for the application of good IR lenses, resulting in the composite rate of $Ge_{19}Sb_{23}Se_{58}$. The optical, structural, thermal and physical properties were measured by Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR), X-ray diffraction (XRD), Differential scanning calorimeter (DSC), X-ray computed tomography (X-ray CT) respectively. The fabrication of the chalcogenide glass lens for infrared optics applications was proposed using a diamond turning machining technology which is known as the suitable ways for the production cost reduction and the accurate fabrication process control.

Keywords: Chalcogenide glass, Optical lens, GeSbSe, Diamond turning machining technology

1. 서 론

최근에 반도체, 영상정보, 전자광학 분야 등의 첨단 산업 분야의 확대 발전과 더불어 광학계에 대한 경량화 요구가 높아짐으로써 비구면렌즈 등에 대한 수요가 급속히 증가하고 있으며 비구면 광학소자의 제작 방법과 응용범위는 무한히 넓다 [2,3].

비구면으로 구성된 광학계는 넓은 시야와 고성능의 제품을 얻을 수 있고, 또한 광학계를 소형, 경량화 시

a. Corresponding author; hyleee@chonnam.ac.kr

Copyright ©2013 KIEEME. All rights reserved.
This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

킬 수 있는 많은 장점을 가지고 있고, 종래의 구면렌즈를 주로 사용하는 광학계가 가진 여러 가지 단점을 제거할 수 있다.

비구면 광학계 및 회절광학소자의 이용이 일반화되면서 이들을 열상 광학계에 이용하고자 하는 노력이 활발히 진행되고 있다. 특히, 열영상 광학장비 등에 소요되는 열상광학부품은 재질면에서 매우 비싸고 목적의 특수함 때문에 장비에 따라 무게가 나가는 경우들이 아주 많다. 비구면 광학소자를 사용함으로써 부품을 줄여 무게 경량화, 성능 개량 및 원가 절감의 효과가 기대된다 [4].

본 연구에서는 비구면 렌즈의 재료로 사용되는 칼코게나이드 (GeSbSe)계의 물성을 분석하여 최적의 조성조건을 결정하였으며, 이를 토대로 비구면 렌즈를 제작하였다. 기존의 비구면 렌즈의 제작방법은 구면 연마 후 열과 압력을 주어 변형하거나 물질을 증착시키는 방법 또는 비구면을 직접 연마하는 등의 방법이 있지만 생산의 절감과 가공의 정밀도를 향상시킬 수 있고 열상광학부품 가공에 매우 적합한 방법으로 알려진 다이아몬드 터닝 기술 (diamond turning machining technology)로 칼코게나이드 (GeSbSe)계 비구면 렌즈의 가공 기술에 대하여 연구하였다.

2. 실험 방법

2.1 칼코게나이드 유리의 조성원소 및 조성비 선택

GeSbSe 3원계 alloy는 적외선 광학렌즈의 몰드성형 소재이다. 본 연구에 사용된 GeSbSe 벌크 시료를 원자량 조성에 맞추어 5N의 금속 파우더를 평량하여 석영관에 넣고 전통적인 melt-quenching 방법으로 제작하였으며, 연구에 사용된 시료는 99.999% 이상의 Germanuim (OERA), Antimony (SIGMA-ALDRICH), Selenium (Alfa Aesar)을 사용하였다.

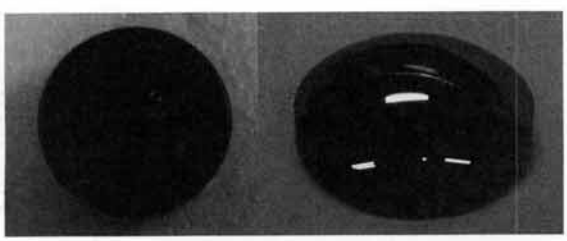

Fig. 1. Sample of chalcogenide glass.

또한, 몰드성형에 적합한 조성비를 결정하기 위해 ACN (average coordination number)를 이용하였으며, 이는 조성비에 따라 칼코게나이드 유리의 광학적, 열적, 물리적 특성이 변화하는데 ACN에 따른 유리전이온도, vickers hardness number, 열팽창계수를 고려하여 $Ge_{19}Sb_{23}Se_{58}$의 조성비를 선택하였다.

2.2 벌크 제작

Melt-quenching 방법에 사용된 석영관은 SiO_2의 재질로 제작하였으며, 석영관 (직경 Φ= 16 ㎜) 내벽에 의한 오염을 줄이기 위하여 전처리를 실시하였다. 석영관 세척은 질산 (nitric acid), 황산 (sulfruic acid), IPA (isopropyl alchol) 순으로 세척하였고, 세척된 석영관에 봉입 및 용융과정에서의 공기에 의한 산화를 막기 위해 약 1×10^{-5} Torr로 진공 봉입하였다. 용융조건은 시료의 녹는점과 끓는점을 고려하여 수평 전기로에서 225℃, 425℃, 690℃, 960℃에서 각각 2시간씩 용융 후 1,000℃에서 벌크의 균질화를 위해 16시간 동안 유지하였다. 석영관은 조성 간의 혼합이 잘 이루어지게하기 위해 용융과정 동안 계속 흔들어주었다. 이후 용융된 시료는 공기 중에서 약 5초 간 냉각 후 차가운 물속에서 급랭시킨 벌크와 공기 중에서 서냉시킨 벌크를 각각 제작하였다 [그림 1]. 제작된 벌크는 내부의 잔류응력을 감소시키고 경도나 항장력을 확대시키기 위해 5시간 동안 열처리를 하였다.

2.3 박막 제작

제조된 $Ge_{19}Sb_{23}Se_{58}$ 벌크의 구조물성 확인을 위하여 상기 제작된 벌크를 열증착 방법으로 성막하였다. 박막 제작을 위한 기판으로는 p-type Si(100)을 사용하였고 균일하게 형성된 박막을 얻기 위하여 약 3 Å/s의 증착속도를 유지하였으며 두께에 의한 변수를 줄이기 위해서 모든 박막의 두께는 200 ㎚로 하였다. 증착된 박막은 150℃에서 390℃까지 30℃ 간격으로 열처리를 실시하였으며 열처리 과정은 박막의 산화로 인한 영향을 최소화하기 위하여 200 $sccm$의 N_2 분위기에서 진행하였고, 승온 속도는 5℃/min으로 각 온도에서 30분 간 유지하였다.

2.4 벌크의 특성 분석

열처리에 따른 유리의 형성과 유리상태를 확인하기

위하여 열처리된 박막을 XRD (X-ray diffractometer, X'Pert Pro Multi Purpose, PANalytical)를 이용하여 박막 상태의 유리를 scan range 20~80° 범위에서 측정하였다.

유리전이온도(T_g) 및 결정화온도 (T_c)를 확인하기 위해 DSC (differential scanning calorimeter, DSC-8000, Perkin Elmer)를 이용하여 질소 분위기 하에서 승온속도 분 당 50℃로 50℃~500℃의 범위에서 측정하였다.

광투과율을 측정하기 위한 시편을 제작된 그림 1처럼 직경 14 ㎜, 두께 3 ㎜로 표면을 1차 폴리싱 가공하여 FT-IR (fourier transform infrared spectrometer, spectrum GX, Perkin Elmer)를 이용하여 2~20 ㎛ 범위에서 scan 횟수 4회, H_2O/CO_2 보정 조건에서 광투과율피크, 결합피크를 확인하였다.

2.5 열영상 장비용 광학부품 가공

열영상 장비용 광학 부품의 비구면 가공이 가능한 초정밀 비구면 가공기 (diamond turning machine)를 사용하여 가공하였다. Nanoform 200은 오일 베어링의 두 축이 컴퓨터로 조절하는 기계로서 초정밀 가공을 위해 유체 정역학적인 슬라이드 (hydrostatic slides)와 기체 정역학적인 슬라이드 (aerostatic slides)를 사용하였다. 구면의 형상 오차를 측정하기 위해 변위 간섭계 (phase shift interferometer, GPI-XP, Zygo Corporation)을 사용했다.

3. 결과 및 고찰

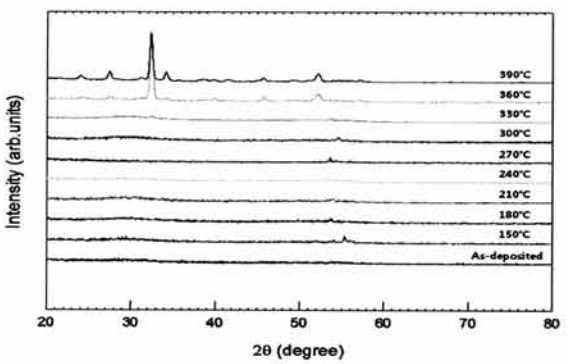

Fig. 2. XRD pattern of chalcogenide glass during annealing.

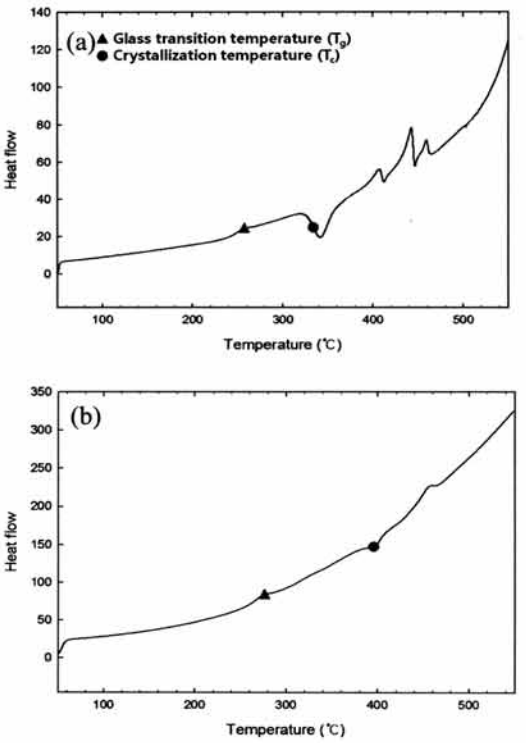

Fig. 3. DSC curve of chalcogenide glass at quenching (a) and slow cooling, (b) conditions.

증착된 박막은 150℃에서 390℃까지 30℃ 간격으로 열처리한 박막이며, 제조된 $Ge_{19}Sb_{23}Se_{58}$ 유리의 결정과 비정질 상태 및 유리형성을 XRD 분석으로 확인하였다.

그림 2는 GeSbSe계 박막의 샘플이 실온부터 330℃ 전까지는 비정질상 (amorphous phase)으로 존재하다가 그 이후 온도에서는 결정질상 (crystal phase)으로 변하는 것을 알 수 있다. 이는 렌즈를 제작하는데 있어서 적당한 압력과 열처리 온도가 필요한데 XRD 분석결과 330℃에서 아주 적절한 소결온도라 할 수 있다. 또한 유리는 매우 점성이 큰 과냉각 액체가 고화한 것이며, 고체 상태라 하여도 그 내부의 원자배열로 본 구조는 액체에 가까운 것이라고 생각되며 XRD peak에서 볼 수 있듯이 결정피크가 나타나지 않은 것으로 보아 유리의 형성이 가능함을 알 수 있다.

그림 3은 DSC 분석을 통하여 유리전이온도(T_g)와 결정화온도 (T_c)를 확인한 결과이다. 칼코게나이드를

Table 1. Glass transition temperature of chalcogenide glass at quenching and slow cooling conditions.

Sample	Quenching	Slow cooling
heating temperature range	50℃~550℃	50℃~550℃
heating range (℃/min)	50℃/min	50℃/min
T_g	256℃	278℃
T_c	330℃	395℃

유리로 성형하기 위해서 정확한 유리전이온도의 측정값이 필요하다. GeSbSe계 유리의 급냉에서의 유리전이온도는 256℃이고 결정화온도는 330℃였으며 서냉시켰을 때 유리전이온도와 결정화온도는 각각 278℃, 395℃로 나타남을 보였고 DSC 측정 시 승온속도를 50℃/min로 하였다. 측정된 유리전이온도와 결정화온도는 급냉보다 서냉하였을 때 더 높은 T_g, T_c를 보임을 확인하였는데 이는 XRD 분석한 결과와 일치함을 알 수 있었다.

제조된 칼코게나이드 유리의 적외선영역의 광투과율을 그림 4에 나타내었다. 용융냉각법으로 제조된 GeSbSe계 유리를 FT-IR 장비를 사용하여 2~20 ㎛ 파장범위의 광투과율을 급냉과 서냉으로 각각 측정하였다. 측정된 급냉의 투과율은 68%, 서냉은 73%로 나타났다. 하지만 근적외선 영역인 8~12 ㎛에서의 투과율은 급냉 투과율이 서냉 투과율보다 약 5%가 증가함을 보였다. 서냉시켰을 시 투과율이 낮게 나타난 이유는 서냉 시 내부에서 흡수된 흡수피크와 벌크 내부에서 산란 때문일 것으로 생각되며 유리를 구성하는 원자나 이온의 전자준위의 여기에 의한 에너지 흡수, 분자나 격자의 진동준위의 여기에 의한 에너지 흡수가 상대적으로 더 높을 것으로 예상된다. 한편 2.8, 6.3 ㎛ 부근에 나타난 OH^- 피크는 유리 제조와 시편의 평량시 시편 표면에 부착되어 벌크의 영향을 주어 약한 흡수를 보이고 12.5~13 ㎛에서의 Ge-O 피크는 Mg 통하여 제거를 할 수 있다.

기존 상용화되고 있는 유리의 광투과율은 60~70%에 비하여 성형렌즈로써 제조된 칼코게나이드 유리의 투과율이 큰 차이를 보이지 않는 것으로 보아 칼코게나이드계 비구면 성형렌즈의 설계와 생산에 있어서 GeSbSe계 유리의 급냉벌크와 서냉벌크 모두 성형제작에 있어서 가능성을 확인하였다.

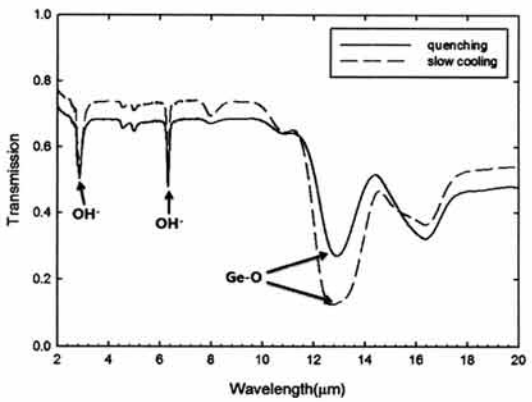

Fig. 4. Transmission curve of 3 ㎜ thick sample of chalcogenide glass at quenching and slow cooling.

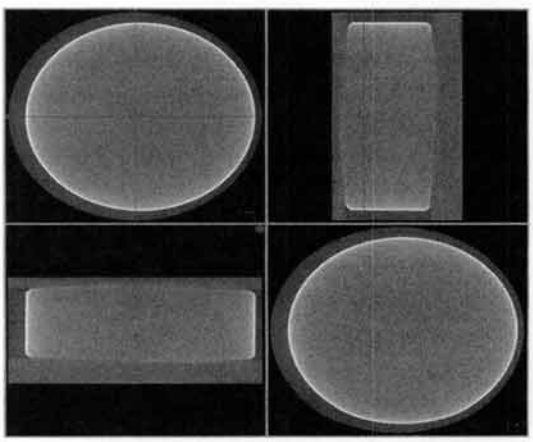

Fig. 5. Cross section images of X-ray computed tomography.

그림 5는 여러 각도에서 물체에 x-선을 투사하여 그 영상을 컴퓨터로 재구성하여 물체의 3차원 형상 가시화하는 기법으로 내부의 밀도차로 인한 내부 형상이 투사되어 피사체의 내부 형상을 관찰하였다. 본 형상은 X Pos, Y Pos를 -2.848, 0.251 ㎜의 횡단면의 화상에서 본 그림이며 샘플 내부 기포는 투과도 감소 및 내부 산란을 야기하여 설계된 비구면 렌즈에 수차를 발생시키는 원인이 될 수 있다. 따라서 벌크 내부의 기포 발생 유무에 대한 모니터링이 필요하다. X-ray CT를 이용한 비파괴 내부 평가를 통하여 내부 기포 및 결함이 존재하지 않음을 확인하였다.

열화상 장비에서 가장 많이 사용되는 소자는 Ge을

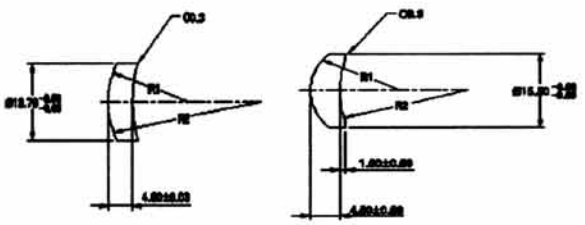

Fig. 6. Chalcogenide asphric lenses form and specification.

Table 2. Chalcogenide aspheric lens machining conditions.

Condition	Rough machining	Semifinishing	Normal machining
Spindle speed		2,000 rpm	
Depth of cut	20 ㎛	6 ㎛	2 ㎛
Tool	radius : 0.505 ㎜, rake angle : -25°		
Feedrate	9 ㎜/min	9 ㎜/min	3 ㎜/min

많이 사용하나 Ge 소자의 경우 성형이 불가능하여 천연다이아몬드 tool에 의한 절삭가공이 대체 공정이 없는 상황이여서 대량생산에 대한 한계를 보인다. 반면, 칼코게나이드 (GeSbSe) 소자는 Ge와 같이 적외선 파장대역 투과 특성이 유사하며 성형이 가능한 소재이다. 본 연구에서는 신규 개발된 성형이 가능한 칼코게나이드 소재의 절삭가공에 대한 내구성과 가공성을 우선 검증하였다. 칼코게나이드 소재는 단결정체가 아닌 비정질성 소재임에도 불구하고 Ge와 같이 절삭가공이 또한 가능하다. 가공된 렌즈의 광학성능 확인을 위하여 2매의 비구면렌즈 광학모듈 광학계를 설계하였고 가공한 칼코게나이드 비구면렌즈 형상 및 크기는 그림 6과 같다.

칼코게나이드 비구면렌즈의 1차 가공은 구면 및 외경 가공으로 비구면 (R2면)이라고 되어 있는 부분 외에 일반 구면인 볼록한 면 (R1면)을 일반적인 광학가공방식인 연마가공을 하였다. 비구면 가공부는 황삭가공을 하게 되는데 다이아몬드터닝 여유를 0.2 ㎜ 정도로 준다. 이런 사전공정은 다이아몬드터닝을 해야 하는 경우는 꼭 필요한 과정이다. 비구면 형성을 위해 최소한의 가공여유를 남긴 황삭면을 미세 가공하여 최종적으로 비구면을 생성 및 평가하게 된다. 최종적으로 생성된 비구면은 형상의 특성으로 말미암아 일반적인 구면 및 평면을 측정하는 레이저간섭 (GPI-XP)를 사용하여 전체적인 비구면 형상을 확인하는 것이 어렵기 때문에, 비구면 가공기에 내장되어진 계측기를 이용하여 결과물을 평가하였다. 비구면의 평가는 LVDT 프로브 또는 접촉식 비구면측정기를 사용하였다.

이 비구면 렌즈의 규정 형상 정도는 PV값이 0.33 ㎛ 이하이고 표면 조도 R_a는 0.025 ㎛ 이하이다. 칼코게나이드 비구면 렌즈에 대한 툴 변수와 가공 변수는 표 2에 나타냈다.

칼코게나이드 비구면렌즈는 비구면이기 때문에 GPI-XP 간섭계만으로는 형상오차를 측정 할 수 없고 널 시스템 (null system)이 필요하게 된다. 따라서 다른 부가적인 시스템 없이 비구면 렌즈를 평가하기 위해서 기상계측기를 이용하였다. Nanoform 200의 기상 계측기 측정 시스템은 Ultracomp이다. 기상계측방법은 LVDT 프로브를 장착하고 프로빙 프로그램을 짜서 로딩하여 칼코게나이드 비구면을 측정한다. 비구면 렌즈 전체를 프로파일링하고 나면 얻을 수 있는 데이터가 로우데이터로 이 값은 이상적인 비구면과 측정된 비구면 값 사이에 차이를 말하는 것이다. 로우데이터를 연산, 분석하면 그래프 PV값과 반경값이 나온다. 결과그래프에는 PV값과 측정 반경값을 포함하게 된다.

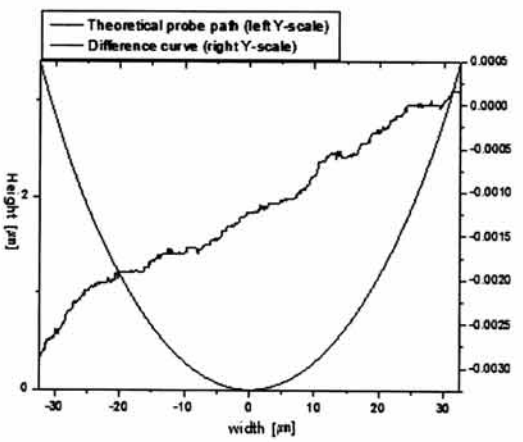

Fig. 7. Row data graph of theoretical probe path and difference curve.

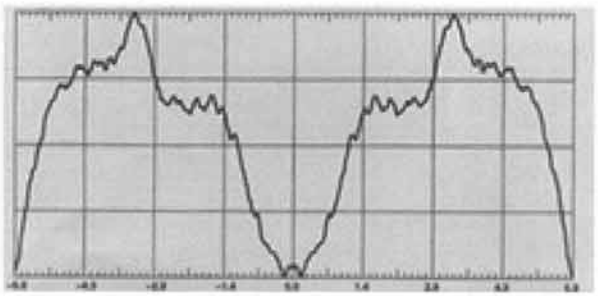

Fig. 8. Final result graph of form error.

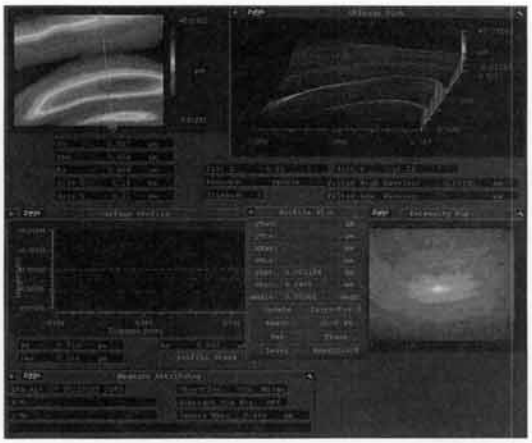

Fig. 9. GeSbSe aspheric surface roughness measure result form.

Table 3. Data of aspheric surface roughness R_a measure results.

1	2	3	Average
0.004 ㎛	0.004 ㎛	0.003 ㎛	0.0037 ㎛
0.003 ㎛	0.004 ㎛	0.003 ㎛	0.0033 ㎛
0.005 ㎛	0.004 ㎛	0.004 ㎛	0.0043 ㎛
Total average			0.0038 ㎛

Ge 비구면 렌즈 기상계측기를 이용한 형상오차 측정 로우데이터 그래프와 최종 결과 그래프는 그림 7과 그림 8과 같다. 그림 7에 둥근 선은 이상적인 비구면의 형상이고 로우데이터는 구불구불 한 기울어진 그래프이다. 여기서 x축은 렌즈를 프로빙한 위치에서 중심을 기준으로 +와 -로 표시한 것이고 Y1은 이상적인 비구면 sag 값이고 Y2는 로우데이터 값이다. 그림 8에 x축은 렌즈를 프로빙한 위치이고, Y1은 오차값이다. 측정 결과는 PV값이 0.054 ㎛이고, R은 82.222 ㎜로 모두 규격을 만족한다. 칼코게나이드(GeSbSe) 비구면 렌즈의 표면 거칠기는 Newview 5000으로 측정하였다. 다른 부위를 각 3회 씩 실한 표면 거칠기 측정 R_a의 실험 결과는 표 3과 그림 9와 같다. 그림과 표에서 알 수 있듯이 거칠기 규격 R_a 0.025 ㎛ 이하인 0.0038 ㎛의 R_a값을 얻었다.

4. 결 론

본 연구에서는 용융 냉각법으로 제조된 $Ge_{19}Sb_{23}Se_{58}$계 유리의 광투과율을 통해 급냉과 서냉하였을 때의 적외선 광학렌즈의 적용 가능성을 확인하였다. XRD 패턴 분석결과에 따르면 급냉과 서냉 시 유리질의 상의 변화를 찾아볼 수 없었으며, 비정질상의 유리상을 관찰하였다. DSC 측정 결과 유리전이온드 (T_g)는 급냉, 서냉 시에 각각 256℃, 278℃로 나타났으며 서냉했을 경우에 유리전이온도가 대략 20℃ 이상 높아짐을 확인하였다. 이는 약간의 차이를 보였지만 조건에 관계없이 기존의 칼코게나이드계 유리전이온도와 비슷한 온도를 보였다. 또한 제작된 GeSbSe계 유리는 광투과율이 급냉 시 68%, 서냉 시 73%로의 투과율을 보였으며, 근적외선 영역인 8~12 ㎛에서의 투과율은 급냉시켰을 때의 투과율이 약 5% 이상의 투과율이 상승됨을 확인할 수 있었고, 이는 내부에서 흡수된 원자나 이온의 전자준위의 여기에 의한 에너지 흡수가 상대적으로 더 높을 것으로 판단할 수 있었다. 칼코게나이드(GeSbSe) 소재의 외부의 물리적 절삭가공에 대한 소재 내구성 검증과 가공부분의 정밀도를 향상시킬 수 있고 열상광학부품 가공에 매우 적합한 방법으로 알려진 다이아몬드 터닝 기술 (DTM)로 칼코게나이드 비구면렌즈의 가공기술을 확립하였고, 가공결과 칼코게나이드 비구면 렌즈의 가공 면은 표면 거칠기와 형상 정밀도가 원하는 치수 규격보다 좋은 결과를 보였다.

감사의 글

본 연구는 2012년도 정부 (교육과학기술부)의 재원으로 한국연구재단의 지원 (No. 2012037897)과 2012년도 정부 (교육과학기술부)의 재원으로 한국연구재단의 대학중점연구소 지원사업 (2009-0094055)으로 수행된 연구임.

REFERENCES

[1] H. S. Park, D. H. Cha, H. J. Kim, J. H. Kim, J. H. Kim, and H. Y. Lee, *J. KIEEME*, 25, 135 (2012).

[2] G. Amy, A. L. Richard, and H. S. Ray, *Proc. of SPIE*, 5078, 216 (2003).

[3] A. Bourget, Y. Guimond, J. Franks, and M. Van Bergh, *Proc. of SPIE*, 5663, 182 (2005).

[4] D. H. Cha, H. J. Kim, H. S. Park, Y. Hwang, J. H. Kim, J. H. Hong, and K. S. Lee, *Appl. Optics*, 49, 1607 (2010).

[5] D. R. Goyal, and A. S. Maan, *J. Non-Crystalline Solids*, 183, 182 (1995).

[6] Y. W. Lee, and J. Heo, *J. Kor. Ceram. Soc.*, 32, 239 (1995).

[7] A. N. Sreeram, A. K. Varshneya, and D. R. Swiler, *J. Non-Crystalline Solids*, 130, 225 (1991).