반사율 측정에 의한 적외선 광학재료의 중적외선 굴절률 추정

진두한¹, 정경석^{2*} ¹주식회사 타드, ²한국기술교육대학교 기계공학부

Estimation of Refractive Index in MIR range from the Reflectance Measurements for IR Optics Materials

Doo-han Jin¹, Kyung-Seok Jeong^{2*} ¹Corporation TAAD ²Department of Mechanical Engineering, Korea University of Technology and Education

요 약 본 연구는 적외선 광학재료의 중적외선 영역의 굴절률을 파악하기 위해 반사율을 측정하고 굴절률과 반사율의 관계로부터 굴절률을 추정하는 방법을 제안한다. 전반사 거울 4개를 일정한 간격으로 배열하고 적외선 광원으로부터 연속 파장의 평행광이 45°로 입사되도록 광 경로를 구성한다. 광 경로를 따라 4개의 전반사 거울에 반사되어 온 광강도 I_b 를 측정한 후, 광 경로의 마지막에 놓이는 거울을 시면으로 교체하고 광강도 I_s 를 측정한다. I_b와 I_s, 전반사 거울의 비를 이용하여 재료의 반사율을 계산한다. 계산된 반사율과 Fresnel의 굴절률과 반사율 관계식에 넣고 시행착오법으로 굴절률을 추정한다. 이 방법을 적용하여 사파이어(Al₂O₃), 게르마늄(Ge), 불화마그네슘(MgF₂), 황화아연(ZnS)재료를 대 상으로 실험하고 굴절률을 추정하여 참고문헌자료들과의 비교를 통하여 모든 재료에 대해 파장범위 3 - 5μ m에서 최대 차이 2% 이하로 잘 일치하는 결과를 얻을 수 있었으며, 이를 통해 본 굴절률 측정방법의 타당성을 확인할 수 있다. 본 연구에서 제시된 방법은 연속 파장의 적외선 광원을 사용하기 때문에 한 번의 측정으로 여러 파장에 대한 굴절률을 추정 할 수 있는 장점이 있다.

Abstract An optical arrangement has been set inside a photo-spectrometer to measure the reflectance of IR optics materials in mid IR range. The optical arrangement consists of equally spaced 4 gold coated full reflecting mirrors with the incidence angle of 45°. Baseline beam intensity I_B has been measured while the beam proceeds through the 4 mirrors. Reflectance of a mirror has been estimated from the I_B . And the beam intensity I_S with the specimen in the optical path has been measured with the 4th mirror replaced with the specimen. Reflectance of the specimen has been estimated from the value of I_S/I_B . Then the estimated reflectance has been put in Fresnel equation relating reflectance and refractive index(RI) to estimate the RI of the material. Measurement has been made for sapphire, germanium, magnesium fluoride, and zinc sulfide. The estimated RI of the materials are closely matching with reference data and the maximum difference less than 2% over the wavelength range 3-5 μ m for all materials tested. As an FT-IR photo-spectrometer with a broadband wavelength infrared light source is used, this method has the advantage of measuring the refractive index at multiple wavelengths in a single measurement.

Keywords : IR Optics Material, Reflectance, Fresnel Equation, Mid IR, Refractive Index(RI)

본 논문은 2018학년도 한국기술교육대학교 교수	교육연구진흥과제 연구비와 "적외선 영상 광학계용 단결정 Ge 소재 제조 기술 개발(단계: 시험개
발)" 민군사업과제의 지원에 의하여 연구되었음	
*Corresponding Author : Kyung-Seok Jeor	ng(Korea University of Technology and Education)
email: jks@Koreatech.ac.kr	
Received March 16, 2020	Revised April 10, 2020
Accepted June 5, 2020	Published June 30, 2020

1. 서론

다양한 무기체계에서 적외선 탐색창 용도 등으로 많이 사용되는 적외선광학 재료들에 대한 많은 연구가 이루어 져 왔다[1-3]. 이러한 재료들은 초음속으로 비행하는 비 행체에 노출상태로 적용되는 경우가 많아서 재료의 강도 등 기계적 특성뿐만 아니라 광학특성 또한 매우 중요하 다. 그러나 이들 재료는 주로 군사적 용도로 이용되는 경 우가 많아서 재료의 광학적 특성이나 물성자료가 매우 제한적으로 공개되어 있다. 따라서 이러한 재료를 사용하 고자 할 때는 특성 자료를 독자적으로 확보해야 하는 어 려움이 있다.

유도무기 시스템의 적외선 탐색창에 사용되는 재료들 에 요구되는 주요 광학 특성은 투과율과 굴절률이다. 특 히 재료의 광 굴절률은 유도무기 시스템의 목표물 탐지 능력에 직접적인 영향을 미치기 때문에 그 중요성이 매 우 높은데, 초음속 비행에 따른 공력가열로 인해 고온의 환경에 노출될 가능성이 높다. 그러므로 고온의 환경에서 세라믹재료들의 광학특성 데이터 확보 또한 매우 중요하다. 현재까지 알려진 다양한 굴절률 측정방법 중 프리즘을 이용하는 방법은 비교적 간단하고 상당수준의 정확도를 가지는 측정이 가능한 방법이지만, 측정대상을 정교한 프 리즘형태로 가공하여야 하는 어려움이 따르기 때문에 일 상적 측정방법으로 사용하기에는 불편함이 따른다[4]. 전 반사를 이용하는 방법은 굴절률이 높고 임계각을 알고 있는 표준 프리즘을 시료와 접촉하도록 하고 전반사각을 측정하여 굴절률을 측정하는 방법으로 표준 프리즘의 굴 절률보다 작은 굴절률을 가지는 물질에 대해서만 적용이 가능한 한계를 가지고 있다[5]. 다양한 재료에 대한 다양 한 측정방법에 대한 Singh의 검토논문[6]에서 확인할 수 있다.

본 연구에서는 전반사 거울 광학계와 FT-IR 광분석기 를 이용하여 적외선 재료의 광 굴절률 데이터를 확보하 고 추후 고온재료의 굴절률 측정까지 확장할 수 있는 방 법을 제시하고, 몇 종류의 적외선 광학재료에 적용하여 그 방법의 타당성을 확인하고자 한다.

2. 연구 방법

본 연구에서는 실험적 방법으로 반사율을 측정한 후, Fresnel 의 반사율과 굴절률 관계식[7]을 이용하여 굴절 률을 계산한다. Fig. 1과 같이 광원으로부터 발생된 광 강도 *L*,인 평행광이 4개의 반사경을 지나 감지기 (Detector)에 도달되는 광강도 *L_B*는 식(1)과 같다.

$$I_B = R_M^4 \ I_o \tag{1}$$

여기서, R_M 은 전반사 거울에 45°로 입사될 때의 반사 율이다. Fig. 2와 같이 광경로 상 4번째 전반사 거울을 시편으로 교체하면 측정된 광량 I_S 는 Fig. 3과 같이 입 사광 전면에서 반사 된 광량 A와 굴절되어 투과한 후 시 편내부를 진행하여 후면에서 다시 반사되어 투과와 굴절 을 거쳐 나온 광량 B의 합이 되므로 식 (2) 와 같다.



Fig. 1. Baseline Intensity I_B measurement with the use of 4 Gold coated mirrors



Fig. 2. I_S measurement by using 3 mirrors and one specimen



Fig. 3. A ray reflected at the front interface and refracted and reflected at the back $% \left({{{\left({{{{\bf{r}}_{{\rm{c}}}}} \right)}_{{\rm{c}}}}} \right)$

$$I_{S} = \begin{bmatrix} R_{M}^{3} \bullet R_{W} + R_{M}^{3} \bullet (1 - R_{W}) \bullet R_{W} \bullet (1 - R_{W}) \end{bmatrix} I_{o}$$

$$(1 - R_{W}) I_{o}$$

$$(2)$$

여기서, R_W는 시편의 반사율이다.

시편의 변형된 상대 광 강도 I*는

$$I^{*} = \frac{R_{M}I_{S}}{I_{B}} = R_{W} + (1 - R_{W}) \bullet R_{W} \bullet (1 - R_{W})(3)$$

이를 R_W 에 관한 식으로 정리하면 식 (4) 와 같다.

$$R_W^3 - 2R_W^2 + 2R_W^1 - \frac{R_M I_S}{I_B} = 0$$
(4)

R_W를 구하기 위해, 임의의 계수를 가지는 3차 방정 식의 해를 구하는 Cardano의 식[8]을 이용하면 식 (5)로 표현된다.

$$\begin{split} R_W &= \left(-\frac{q}{2} + \sqrt{\frac{q^2}{4} + \frac{p^3}{27}} \right)^{\frac{1}{3}} \\ &+ \left(-\frac{q}{2} - \sqrt{\frac{q^2}{4} + \frac{p^3}{27}} \right)^{\frac{1}{3}} + \frac{2}{3} \\ & (5) \\ & (7) \\ R_W = -\frac{2}{3}, \ q = \frac{20}{27} + \frac{R_M \times I_S}{I_R} \quad (5) \end{split}$$

 I_B

이렇게 구해진 반사율과 Fresnel 의 반사율과 굴절률 관계식[7] 식 (6)과 같게 놓고 굴절률 (Reflective Index, RI)을 계산한다.

$$R_{W} = \frac{1}{2} \left(-\frac{\sin\left(\frac{\pi}{4} - \sin^{-1}\frac{1}{\sqrt{2}RI}\right)}{\sin\left(\frac{\pi}{4} + \sin^{-1}\frac{1}{\sqrt{2}RI}\right)} \right)^{2} + \frac{1}{2} \left(-\frac{\tan\left(\frac{\pi}{4} - \sin^{-1}\frac{1}{\sqrt{2}RI}\right)}{\tan\left(\frac{\pi}{4} + \sin^{-1}\frac{1}{\sqrt{2}RI}\right)} \right)^{2}$$
(6)

식 (6)의 비선형 삼각함수 방정식의 풀이에는 시행착 오법을 사용한다. 임의의 굴절률(RI)을 가정하여 계산된 R_W 가 식 (5)에서 구해진 값과의 차가 설정된 차이값 이 하가 될 때까지 반복 계산하여 RI를 구한다.

3. 실험 방법

 I_B 와 I_S 의 측정에는 Nicolet사의 FT-IR 6700을 이 용하였는데 중·장적외선 광원의 파동수 범위는 9,600-20[cm⁻¹]이고, DTGS/KBr 감지기의 반응범위는 7400-350[cm⁻¹] 이다. Fig. 4은 Fig. 2의 광학배열을 광 분석기 내부에 설치한 모습이다. 실험은 전반사거울로만 구성된 광학계에서 I_B를 측정한 후, 광 경로 상 4번째의 전반사거울을 시편으로 교체하고 Is를 측정하는 방법으 로 진행한다.

여기에 사용된 전반사 거울은 파장 2-20[#] 영역에서 반사율 98%인 금도금 거울(Edmund Optics제)이다. 빛 은 모든 거울에 입사각 45°로 입사되고, 각 거울간의 간 격은 70[mm]로 모든 빔의 광 경로가 동일하도록 하였다.

사파이어와 게르마늄 시편은 단결정 성장방법으로 대 한민국 업체에서 만들어진 것들을 기계가공하여 제작하 였으며, 측정 방법의 타당성과 타 재료에의 적용성의 평 가를 위해 시판되는 불화마그네슘, 황화아연 시편을 대상 으로 측정하였다. 모든 시편의 형상은 직경 50[mm]. 두 께 5[mm]인 원판 형이고, 편평도는 λ/20@632.8[nm] 이하 이다.



Fig. 4. Optical arrangement for the maesurement of Refactive Index of a specimen inside the Photo-spectrometer

4. 굴절률 측정 결과 및 고찰

사파이어(AI₂O₃), 게르마늄(Ge), 불화마그네슘(MgF₂), 황화아연(ZnS) 시편을 대상으로 I_R , I_S , 및 I^* 를 측정 하고 식 (5)를 이용하여 R_W를 계산한다. 식 (6)의 좌변 을 이 R_W 로 하여 시행착오법으로 오차가 10^{-5} 이하가 될 때까지 반복 계산하여 굴절률을 구하였다. Fig. 5-8은 각 시편을 대상으로 측정된 파장에 따른 $I_{\!B}$, $I_{\!S}$, 및 $I^{\!*}$ 으로, Fig. 5는 사파이어, Fig. 6은 불화마그네슘, Fig. 7 은 게르마늄, Fig. 8은 황화아연 시편에 대한 측정결과이 다. 이 자료들을 이용하여 계산된 각 재료들의 굴절률은

파장범위 3-5[폐]에서 Fig. 9에 참고문헌에 알려진 값들 과 비교하여 제시되었다. 파장에 따른 굴절률 값의 변화 경향과 값이 잘 일치하는 것을 확인할 수 있다.

Table 1-4는 참고문헌에 제시된 각 재료들의 굴절률 과 본 연구방법으로 구한 값들을 특정 파장에서 비교한 것이다. 재료와 파장에 따라 다르지만 최대 2% 이하의 차이임을 볼 수 있다.



Fig. 5. Measured beam intensity (Ge)



Fig. 6. Measured beam intensity (ZnS)



Fig. 7. Measured beam intensity (Al₂O₃)



Fig. 8. Measured beam intensity (MgF₂)



Fig. 9. Measured refractive index compared with the reference *A1(Ref. Ge[9]), A2(Ge measured), B1(Ref. ZnS[10]), B2(ZnS measured), C1(Ref. Al₂O₃[11]), C2(Al₂O₃ measured), D1(Ref. MgF₂[12]), D2(MgF₂ measured)

Table 1. RI of Germanium

wave -length (៣)	Reference[9]	Estimate	Difference Ratio(%)
3	4.0447	4.0595	0.37
4	4.0247	4.0540	0.73
5	4.0158	4.0299	0.35

Table 2. RI of Zinc-sulfide

wave -length ())	Reference[10]	Estimation	Difference Ratio(%)
3	2.2581	2.2145	1.93
4	2.2527	2.2093	1.93
5	2.2469	2.2132	1.50

wave -length ()m)	Reference[11]	Estimation	Difference Ratio(%)
3	1.7122	1.7127	0.03
4	1.6752	1.6877	0.75
5	1.6240	1.6476	1.45

Table 3. RI of Sapphire

Table 4. RI of Magnesium Fluoride

wave -length ())	Reference[12]	Estimation	Difference Ratio(%)
3	1.3725	1.3614	0.81
4	1.3623	1.3688	0.48
5	1.3488	1.3753	1.96

본 연구는 고속 비행체의 광학용 창에 적용될 가능성 이 있는 후보 재료들의 광학특성을 조사하기 위한 것으 로 관측용 적외선 영상장치의 감지영역인 3-5[,៣] 범위 에서 측정이 이루어졌다. 측정부 내부는 지속적으로 고순 도 질소로 씻어내며 균일한 환경을 유지하도록 하였으나 전반사 거울과 시편 교체 시 주변 공기 일부가 유입되어 광량측정 자료에서 볼 수 있듯 4.3[,៣] 부근 측정값에서 는 수분과 이산화탄소(CO₂)등 이물질에 의한 광원의 흡 수 영향이 관찰된다. 기준광량 측정과 시편에 의한 상대 광량 측정의 시간지연에 따른 다른 오차의 변동 가능성 또한 고려하여 측정오차를 최소화할 수 있도록 교체 후 측정까지의 퍼지 시간을 선택하였다. 불화마그네슘으로 부터 매우 굴절률이 큰 게르마늄에 이르기까지 공개되어 있는 자료들과 큰 차이가 없는 결과를 얻을 수 있어서 정 성적 측정방법으로서의 유용함을 확인하였다.

앞서 검토한 굴절률 측정 방법들은 주로 단일 파장의 광원을 사용하여 단일 파장에 대한 굴절률을 측정하지만, 본 측정방법에서는 연속 파장의 적외선 광원과 FT-IR 분 광기를 사용하기 때문에 한 번의 측정을 통해 여러 파장 에서의 굴절률을 구할 수 있는 장점이 있다.

아울러 본 측정방법에서는 시료를 다른 광학부품과 독 립적으로 설치할 수 있으므로, 재료의 온도를 변화시키고 자 할 때 비교적 용이하게 변화시킬 수 있기 때문에 고온 에서의 광학특성 측정에 적용이 가능하다.

5. 결론

전반사거울들을 이용하는 광학 배열을 FT-IR 분광기

내부에 설치하여 적외선 재료의 반사율을 측정하고, Fresnel의 반사율과 굴절률 관계식을 이용하여 굴절률을 추정하는 실험을 통하여 다음의 결론을 얻었다.

- 연속 파장의 적외선 광원을 가지는 FT-IR 분광기 에 전반사 거울로 구성된 공학배열을 이용하여 한 번의 측정으로 여러 파장에서의 굴절률을 구할 수 있는 방법을 구현했다.
- 사파이어, 불화마그네슘, 게르마늄, 황화아연재료의 중적외선 영역 굴절률이 파장이 길어짐에 따라 감 소하는 경향이 확인되며, 각 파장에서의 값들은 공 개된 문헌 자료[9-12]와 비교하여 최대 2% 이하의 잘 일치하는 값을 제공한다.

References

- V. S. Dozhdikov, V. A. Petrov, S. V. Stepanov, "The Optical Properties of Microbulb Alumina Ceramics at High Temperature", *Thermal Engineering* Vol.54, pp.743-748, 2007. DOI: <u>https://doi.org/10.1134/S0040601507090133</u>
- [2] Akio Ikesue, Yan Lin Aung, Shinji Makikawa, Akira Yahagi, "Total Performance of Magneto-Optical Ceramics with a Bixbyite Structure", *Materials*, Vol.12, No.3, pp.421, 2019. DOI: <u>https://doi.org/10.3390/ma12030421</u>
- [3] Andre Monteil, Georges Boudebs, François Sanchez, Claire Duverger, Brigitte Boulard, Johann Troles, and Frederic Smektala, "Non linear refractive indices measurements by interferometry techniques", *Proceeding of 19th Congress of the International Commission for Optics: Optics for the Quality of Life*, SPIE., Florence, Italy, Vol.4829, November 2003. DOI: <u>https://doi.org/10.1117/12.525513</u>
- [4] L.W. Tilton, E.K. Plyler, R.E. Stephens, "Refractive indices of thallium bromide-iodide crystals for visible and infrared radiant energy", *J. Res.*, Vol.43, pp.81-86, 1949.
 DOI: <u>https://doi.org/10.6028/jres.043.009</u>
- [5] Stepan S. Batsanov, Evgeny D. Ruchkin, Inga A. Poroshina, Refractive Indices of Solids, p.108, Springer, 2016, pp.10-11. DOI: <u>https://doi.org/10.1007/978-981-10-0797-2</u>
- [6] Shyam Singh, "Refractive Index Measurement and its Applications", *Physica Scripta*, Vol.65, No.2, pp.167-180, 2002.
 DOI: <u>https://doi.org/10.1238/Physica.Regular.065a00167</u>
- [7] A. Fresnel, Oeuvres complètes d'Augustin Fresnel, Vol.1, p.864, Paris: Imprimerie Impériale, 1866, pp.753-762.

- [8] Whitworth, William Allen, Trilinear Coordinates and Other Methods of Modern Analytical Geometry of Two Dimensions, p.550 Cambridge: Deighton Bell and Co., 1866, pp.425.
- [9] J. H. Burnett, S. G. Kaplan, E. Stover, A. Phenis., "Refractive index measurements of Ge", *Proceeding of SPIE Optical Engineering + Applications*, SPIE, San Diego, California, United States, Vol.9974, September 2016.

DOI: https://doi.org/10.1117/12.2237978

- M. Debenham., "Refractive indices of zinc sulfide in the 0.405-13-µm wavelength range", *Applied Optics*, Vol.23, Issue 14, pp. 2238-2239, 1984.
 DOI: <u>https://doi.org/10.1364/AO.23.002238</u>
- Marvin J. Weber, Handbook of Optical Materials, p.499, CRC Press LLC, 2003, pp.90.
 DOI: <u>https://doi.org/10.5860/choice.40-4668</u>
- [12] H. H. Li., "Refractive index of alkaline earth halides and its wavelength and temperature derivatives" *J. Phys. Chem.*, Vol.9, Issue 1, pp.161-290, 1980. DOI: <u>https://doi.org/10.1063/1.555616</u>

진 두 한(Doohan Jin)

[정회원]



- 2005년 9월 : 한국기술교육대하교 메카트로닉스공학부 (공학사)
- 2008년 2월 : 한국기술교육대하교 메카트로닉스공학 (공학석사)
- 2018년 8월 : 한국기술교육대하교 메카트로닉스공학 (공학박사)
- 2017년 5월 ~ 현재 : 주식회사 타 드 책임연구원

〈관심분야〉 기계공학, 기계설계, 광학

정 경 석(Kyungseok Jeong)

[정회원]



- 1983년 2월 : 서울대학교 항공공 학과 (공학석사)
- 1989년 2월 : 서울대학교 항공공 학과 (공학박사)
- 1992년 9월 ~ 현재 : 한국기술교 육대학교 기계공학부 교수

〈관심분야〉 기계공학, 광학