

# DC, RF Magnetron Sputtering 방법을 이용한 나노크기의 금속계 광기능성 진주안료 개발

정재일, 이정훈, 장건익, 조성윤\*, 장길완\*  
충북대학교 재료공학과, CQV Co.,Ltd\*

## The Development of Optically Functioned Metal Pearl Pigment Processed With Nano-Size by DC, RF Magnetron Sputtering process

Jae-Il Jeong, Jeong-Hun Lee, Gun-Eik Jang, Seong-Yoon Cho\*, Gil-Wan Jang\*  
Department of Materials Engineering Chungbuk National University, CQV Co.,Ltd\*

**Abstract :** 본 연구에서는 SiO<sub>2</sub> 판상체 위에 저굴절 및 고굴절 금속 산화물을 다층 교차 증착하여 Pearl Pigment를 sputtering 공법을 이용하여 증착하였다. Pearl Pigment는 Essential Macleod program 을 이용한 색상과 증착된 pigment의 색상이 파장에 따라 blue, violet, pink, red, orange, yellow, green 등(Wave length : 450~730 nm)으로 동일하게 나타났고, 기존의 제품에 비해 색상효과가 뛰어나고, 표면 morphology가 우수하였다. 주사전자현미경(SEM)으로 막 두께, 표면 조직 및 입자 크기를 측정하였고, 스펙트로미터를 사용하여 각각의 파장을 분석하였으며 EDS, XRD를 이용하여 정성 및 정량 분석을 하였다.

**Key Words :** pearl pigment, 진주안료, 진주발색, 안료, 진공증착

### 1. 서론

고굴절 진주발색 광기능 물질은 현재 전 세계적으로 자동차, 화장품 및 모든 산업제품에 대한 디자인의 고급화 추세에 따라 수요가 날로 확대되는 첨단제품이다. 국내에서는 아직 제조기술을 보유하고 있지 못하며, 미국 및 독일 등 일부부국의 소수 업체만 그 기술을 보유하고 있는 독과점 고부가가치 제품이다. 고굴절 진주발색 광기능 물질은 진주 광택효과를 나타낼 수 있도록 얇고 균일한 평면을 가져야하며, 20 이상의 각형비(aspect ratio)와 무색으로 빛을 투과할 수 있어야하고, 15 ~ 20 μm 범위의 굴절을 그리고 내열성 및 기계적강도가 탁월하여야 한다.<sup>1,2,5)</sup>

따라서 본 연구에서는 진공증착법을 응용한 진주발색용 투명 SiO<sub>2</sub> 판상체 제조 및 나노미터 두께의 단층, 다층의 금속 및 금속 산화물(Al, Cr, TiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 등)증착을 통하여 고급진주안료 개발을 연구하고자 한다.

### 2. 실험

본 실험에서 사용한 RF, DC sputtering 장치 개략도를 그림 1에 나타내었다. slid glass와 제조된 투명 SiO<sub>2</sub> 판상체 위에 Sputtering system을 이용하여 광택이 우수한 Cr과 중간 반사층인 Al 그리고 저굴절 물질인 MgF<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaF<sub>2</sub> 를 교차 증착하여 다층간섭안료를 증착하였다.

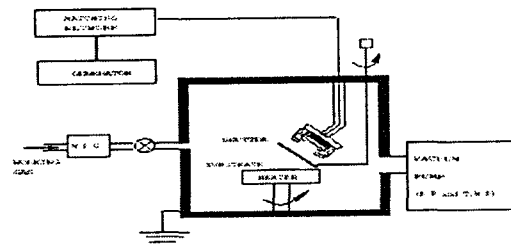


그림 1. RF, DC sputtering 장치 개략도.

Base pressure는  $1 \times 10^{-6}$  torr, working pressure는  $1.7 \times 10^{-2}$  torr로 유지하였다. 증착시 인가된 DC 및 RF power는 사용 금속에 따라 Cr은 약 40~50 W, Al 및 MgF<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaF<sub>2</sub>는 50~100 W로 조절하였다. 표 1은 다층안료 증착을 위한 sputtering process를 나타내었다. 제작된 샘플은 XRD, EDX로 상변화 및 성분을 분석하였고 SEM, α-STEP으로 입자크기 및 층 두께를 분석하였다.

<p>전처리</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 샘플 세척, 증착물질 선택 (금속 및 금속 산화물)</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• 금속 및 산화물 Sputtering에 의한 판상체(SiO<sub>2</sub>) 제조</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• 증착 물질의 공정 조건 확립</li> <li>• Sputtering 증착에 의한 안료 제조                         <ul style="list-style-type: none"> <li>- 저굴절 재료 및 금속</li> <li>- 사용기재변화</li> <li>- 저굴절· 고굴절 물질의 교차</li> </ul> </li> </ul>
<p>XRD, EDS, SEM, 스펙트로미터 등</p>

표 1. RF, DC Sputtering process.

### 3. 결과 및 고찰

다층 pigment 증착에 있어 기존 방식인 수열합성법보다 sputtering 공법을 이용하여 증착된 물질은 증착하고자 하는 물질의 두께 제어가 용이하고, 증착 표면의 morphology가 우수하여 기존 제품에 비해 색상효과가 우수해 지는 장점이 있다.<sup>3,4)</sup> slide glass 상에 증착 시 빛의 투과각과 반사각에 따라 5 ~ 7 가지의 색상변화를 나타내었으며 sputtering 공법으로 제조된 다층의 단면 및 표면의 입자가 매우 조밀하고 균일하며 수직한 방향으로 성장한 미세구조를 볼 수 있었다.

표 2는 제조된 다층을 Essential Macleod program 과 스펙트 로미터를 이용하여 구현되는 색상의 결과를 나타낸 표이다. 증착된 다층 pigment는 각각 파장에 따른 빛의 absorption 및 transmittance에 대해 blue, violet, pink, red, orange, yellow, green 등의 색상 변화를 나타내었다. 위와 같이 나타난 색상은 Essential Macleod program의 simulation 결과 값과 동일한 색상을 나타내는 것을 알 수 있었다.

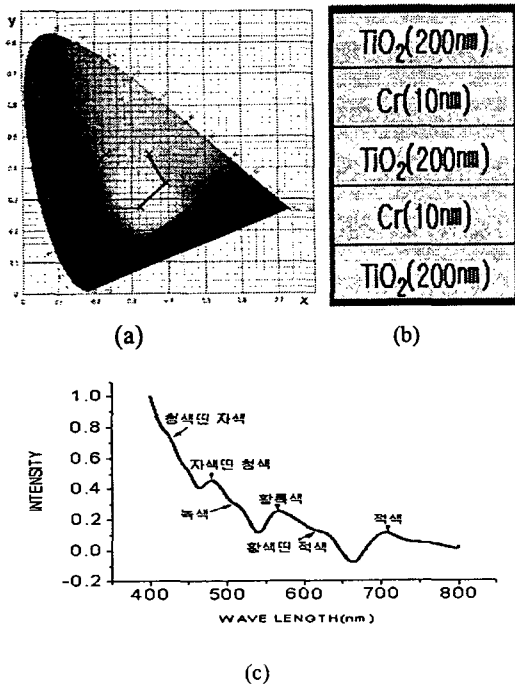


표 2. (a) TiO<sub>2</sub> 와 Cr의 증착 두께 및 순서  
(b) Essential Macleod program의 simulation 결과  
(c) 스펙트로미터로 분석한 파장 결과

### 4. 결론

기존의 수열합성법 보다 sputtering system을 사용함으로써 증착하고자 하는 물질의 두께 제어가 용이하고, 증착 표면의 morphology가 우수한 장점이 있었다. 그리고 저굴절 재료와 금속, 사용 기재 변화, 저굴절 · 고굴절 물질의 교차 등의 증착방식에 따라 각각 blue, violet, pink, orange, yellow, green(파장범위 : 450~730 nm) 등의 색상변화를 나타내었다. 또한 SEM 분석결과, 증착 표면의 uniformity가

우수하며, 입자가 매우 조밀하고 균일하며 수직한 방향으로 성장한 것을 알 수 있었다.

Essential Macleod program을 이용한 simulation 값과 증착된 다층의 pigment의 스펙트로미터 분석 결과 값이 동일한 파장 범위를 나타내었다. SiO<sub>2</sub> 등의 투명 판상체를 sputtering 공정에 의해 증착하여 사용하고 기존 물질 이외에 새로운 물질의 개발 및 연구에 따라 기존의 제품에 비해 색상효과가 뛰어나고, 표면 morphology가 우수한 다층간섭 진주안료를 제조 할 수 있었다.

### 감사의 글

본 연구는 한국산업기술재단의 연구비 지원에 의한 것입니다.

### 참고 문헌

- [1] Oliver F. Gross, Andreas Beck, Stephan Weismann, Elke Steudel, Christina Schank and Jochen Fricke, "Pearl luster pigments as overheating protection in transparently insulated solar façades", *Solar Energy*, Volume 67, Issues 4-6, Pages 205-214, 1999.
- [2] JianHua Meng, GuiQin Yang, LeMei Yan and XiuYu Wang, "Synthesis and characterization of magnetic nanometer pigment Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>", *Dyes and Pigments*, Volume 66, Issue 2, Pages 109-113, August 2005.
- [3] Hans-Joachim Wagner and Ronald H.H. Kröger, "Adaptive plasticity during the development of colour vision", *Progress in Retinal and Eye Research*, Volume 24, Issue 4, Pages 521-536, July 2005.
- [4] Stéphane Bertaux, Peter Reynders, Jean Marc Heintz and Martin Lerch, "New (oxy)nitride pearlescent pigments", *Materials Science and Engineering B*, In Press, Corrected Proof, Available online 4 May 2005.
- [5] Zhang LD, "Nanometer materials and nanometer structure", Beijing: Science Press, p. 75, 2001.