

접착력의 측정

김성룡* · 이호영**†

Measurement of Adhesion

Sung-Ryong Kim* and Ho-Young Lee**†

요약

본 원고에서는 전에 발표된 동반 논문[한국 접착 및 계면학회지, 3권4호(2002)]과 연관된 여러 가지 접착력 측정방법에 관하여 살펴보았다. 먼저 이상적인 접착력 측정방법에 관하여 살펴보고, 그 다음으로 기계적 방법, 비기계적 방법 그리고 기타 방법의 3가지로 종류의 접착력 측정방법들을 소개하였다.

ABSTRACT

Various methods for adhesion measurement, which are related to the previously published paper [J. of Soc. of Adhe. and Inter, 3, 4 (2002)], are reviewed. At first, the prerequisite for the ideal adhesion strength measurement is considered, and three categories of methods for adhesion measurement, such as mechanical methods, non-mechanical methods and miscellaneous methods, are introduced.

KEYWORDS : ADHESION, ADHESION TEST, MECHANICAL METHODS, NON-MECHANICAL METHODS, NON-DESTRUCTIVE METHODS

1. 서론

우리가 궁극적으로 측정하고자 하는 것은 기본 접착력(basic adhesion)⁽¹⁾ 또는 열역학적 접착력(thermodynamic work of adhesion)이지만 이들을 실제 접착시스템에서 직접 측정하는 것은 거의 불가능하다.

정확한 기본 접착력 또는 열역학적 접착력의

직접적인 측정을 불가능하게 하는 인자들에는 해석하기 곤란한 기하인자(geometrical factor), 변형속도 등의 영향을 받는 응력인자(loading factor), 그리고 박막 및 기관의 소성변형에 의한 에너지 손실인자(energy loss factor) 등이 있다.

이러한 인자들의 영향을 배제하고 정확한 기본 접착력 또는 열역학적 접착력을 측정하기 위하여 두 가지 이상의 접착력 측정방법을 사용하여 서

• 2003년 7월 3일 접수(received), 2003년 7월 31일 채택(accepted)

• *충주대학교 고분자공학과, 충북 충주시 이류면 검단리 123번지(Department of Polymer Engineering, 123 Geomdan-ri, Iryu-myon, Chungju 380-702, Korea)

• **†서울대학교 기계항공공학부, 서울 관악구 신림9동 산 56-1번지(School of Mechanical and Aerospace Engineering, San 56-1, Shillim-Dong, Kwanak-Gu, Seoul 151-741, Korea)

†주저자(Corresponding author): hlee@snu.ac.kr

로 보완하는 방법을 사용한다. 이를 위해서는 먼저 각 접착력 측정방법의 장단점을 파악하는 것이 필요하다. 일반적으로 이상적인 접착력 측정방법은 다음과 같다.^[1,2]

2. 이상적인 접착력 측정방법

- 1) 재현성이 있어야 한다.
- 2) 정량적인 비교가 가능해야 한다.
- 3) 시편준비 시간이 짧아야 한다.
- 4) 측정이 간단해야 한다.
- 5) 측정시간이 적게 걸려야 한다.
- 6) 측정자의 경험에 영향을 받지 않아야 한다.
- 7) 박막과 기판의 종류, 크기(두께)에 영향을 받지 않아야 한다.
- 8) 접착력의 크기에 무관하게 측정할 수 있어야 한다.
- 9) 측정결과 해석이 용이해야 한다.
- 10) 일반적인 측정기기를 사용할 수 있어야 한다.
- 11) 측정방법을 표준화시킬 수 있어야 한다.
- 12) 비파괴적인 실험방법이면 더 좋다.

3. 접착력 측정방법

접착력 측정방법은 기계적 방법(mechanical methods), 비기계적 방법(non-mechanical methods) 그리고 기타 방법(miscellaneous methods)의 3가지로 분류될 수 있다. 여러 가지 접착력 측정방법을 Table 1에 나타내었다. Table 1에 나타낸 모든 접착력 측정방법을 다 소개하지 않고 중요한 몇 가지만 소개하므로 자세한 것은 여러 가지 관련문헌을 참고할 수 있다.

3.1. Nucleation methods

핵생성방법^[49]은 비파괴 방법의 하나로 분류되며, 박막형성의 동역학(kinetics of formation of thin films)에 그 기반을 두고 있다. 접착이란 원자의 관점에서 보면 계면에 있는 박막원자와 기판원자 사이의 결합력이며, 거시적인 관점에서 보면 계면에 있는 모든 박막원자들과 기판원자들 사이의 결합력을 합한 값이다. 이러한 원리에 기초하면 박막을 구성하는 원자 한 개(single atom)가 기판에 흡착되는데 필요한 에너지(기본 접착력의 개념과 유사)를 알면 전체

Table 1. Methods that can be used to determine coating/substrate adhesion

	기계적 방법	비기계적 방법
정량적인 방법	Direct pull-off method ^{1,3-6)} Moment or topple method ^{7,7)} Ultracentrifugal method ^{1,8-12)} Ultrasonic method ^{1,13,14)} Peel test ^{1,15-19)} Tangential shear or lap shear method ^{1,2)} Scratch or stylus method ^{1,20-26)} Blister method ^{1,29-33)} Indentation test ³⁴⁻³⁷⁾ Tensile test ^{38,39)} Bend test ^{40,41)} Double cantilever beam test ⁴²⁾ Pulsed laser or electron-beam method ^{1,43)}	Nucleation methods ^{1,49)} Thermal method ^{1,50-52)} Capacitance method ^{1,53,54)}
정성적인 방법	Scotch tape method ^{1,44)} Abrasion test ^{1,45-47)} Bend and scratch test ⁴⁸⁾ Cathodic treatment method ^{1,46)}	X-ray method ^{1,55)}

접착력을 알 수 있다.

이 방법은 '기관과 접하고 있는 모든 단원자들이 가지고 있는 흡착에너지의 총합 = 박막의 접착력'라는 가정 하에 다음과 같은 것들의 측정을 통하여 단원자(single atom)의 흡착 에너지(adsorption energy)를 구하여 전체 접착력을 구하는 방법이다.

- Nucleation rate
- Island density
- Critical condensation
- Residence time of the depositing atoms comprising the film

얼핏보기에 이 방법이 접착력을 정량적으로 측정할 수 있는 쉬운 방법처럼 보이나, 자세히 살펴보면 매우 복잡하고 일반적으로 적용하기에는 많은 어려움이 있다는 것을 알 수 있다. 우선 island density를 알기 위하여 전자현미경을 사용해야 하고 다른 island에 아무런 영향을 끼치지 않고 특정 island만을 제거할 수 있어야 한다. 설사 이것이 가능하다고 해도 단원자들 사이의 결합에너지(cohesion energy)와 단원자들의 흡착에너지(adsorption energy)의 분리가 쉽지 않기 때문에 접착력을 구하는 것은 거의 불가능하다.

이 방법은 접착력 측정방법이라기보다는 박막의 형성과 구조를 좀더 자세히 이해하기 위하여 정보를 습득하는 일에 가까우며, 이미 증착이 끝난 박막에는 적용이 불가능하다. 설사 단원자에 대한 흡착 에너지를 구하여 이들의 합으로 접착력을 구했더라도 이를 진정한 접착력을 받아들이 수 없다. 그 이유는 기관에 대한 박막의 결합력이 단순히 기관에 대한 단원자들의 흡착에너지의 합으로 표현될 수 없기 때문이다.

3.2. Direct pull-off method

이 방법은 Figure 1에서 나타낸 바와 같이 test piece를 박막에 에폭시(epoxy) 같은 접착제(adhesive)로 붙이거나 솔더링(soldering) 한 후 test piece를 박막/기관 계면과 수직방향으로 당겨(인장시험) 접착력을 측정하는 방법으로 Belser와 Hicklin⁽³⁾은 이 방법을 최초로 사용하였다.

이 방법을 이용하여 접착력을 측정할 때 다음과 같은 것들의 영향을 받을 수 있다.^[1,56] 첫째,

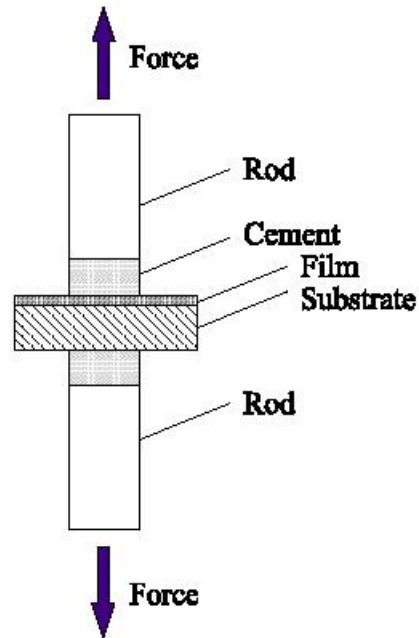


Figure 1. Direct pull-off method.

test piece를 박막에 접합시킬 때의 온도 상승, 접착 후의 잔류응력과 접착제와 용제(solvent)에 의한 박막/기관 계면의 손상이다. 둘째, 측정하는 부분 모두에 균일한 응력을 가하기 어려우며, 접착면(contact area)에서 응력집중이 일어날 수 있다. 셋째, 인장시험시 전단응력(shear stress)이 발생할 수 있다. 즉, 완벽한 정렬(perfect alignment)을 통하여 전단응력이 없는 순수 인장응력(pure tensile stress)이 유발되어야 하나, 완벽한 정렬이 어렵다. 넷째, 박막과 기관 사이의 접착력이 test piece와 박막 사이의 접착력보다 클 경우에는 접착력의 측정이 불가능하다. 다섯째, 접착력은 보통 측정된 하중의 최고 값(peak force)을 박막/기관의 면적으로 나누어 계산하는데, 이럴 경우 상대적으로 약한 부분의 접착력은 무시되고 가장 강한 부분의 접착력만이 전체 접착력에 기여하게 된다. 그러나, 실제의 경우, 약한 부분의 접착력이 더 중요할 수도 있다.

3.3. Moment or topple method

이 방법은 direct pull-off method의 변형된 방법으로 direct pull-off method에서 순수 인장시험이 어렵다는 단점을 극복하기 위하여 개발된 방법이다. Butler⁽⁷⁸⁾에 의해 처음 제안되었

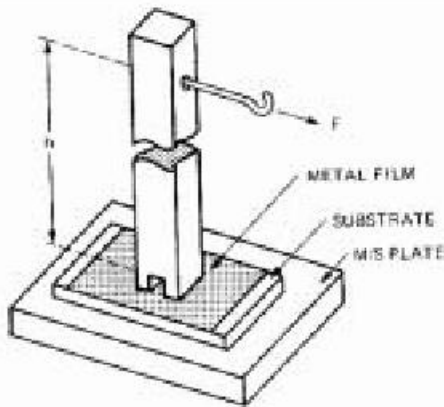


Figure 2. Moment or topple method.

다. Test piece는 Figure 2와 같은 모양으로 되어 있다. 먼저 rod와 박막을 접착제(glue)로 붙인 후 접착력을 측정하기 위해 시편표면과 평행한 방향으로 힘을 가한다. 이때 한쪽에는 인장력이 가해지고 다른 한쪽에는 압축력이 가해지게 된다. Butler는 이 방법이 direct pull-off test에 비하여 다음과 같은 장점이 있다고 하였다. 첫째, 기판과 수직인 방향으로 작용하는 net force가 가해지지 않아 기판의 변형이 덜 일어난다. 둘째, 정확한 정렬이 요구되지 않아 편리하다.

이 방법의 단점으로는 direct pull-off method에서와 같이 접착제나 솔더(solder)를 사용하는 데 따른 문제점들이 있다.

3.4. Ultracentrifugal method

이 방법은 앞에서 설명한 direct pull-off method와 Moment or topple method처럼 접착제나 솔더를 사용하지 않기 때문에 이들의 사용에 따른 단점을 극복할 수 있다. 이 방법의 기본장치는 Hallworth^[8]이 처음으로 고안해내었고, Beam 등^[9-11]이 발전시켰다. Dancy 등^[12]은 초당 회전 속도(rps)가 80,000 이상되는 장치를 고안해내었다. 실험장치의 개략도를 Figure 3에 나타내었다. 박막이 입혀진 로터(rotor: 여기서는 박막/기판 복합체에 해당)를 전자기적으로 공중에 띄어 놓고 회전속도를 증가시켜 박막에 작용하는 원심력을 증가시키므로써 박막/기판 계면에 수직인 방향으로 작용하는 힘을 증가시킨다. 박막의 분리가 시작되는 임계 회전속도로부터 박막이 받는 힘을 알 수 있고, 이로부터 박막

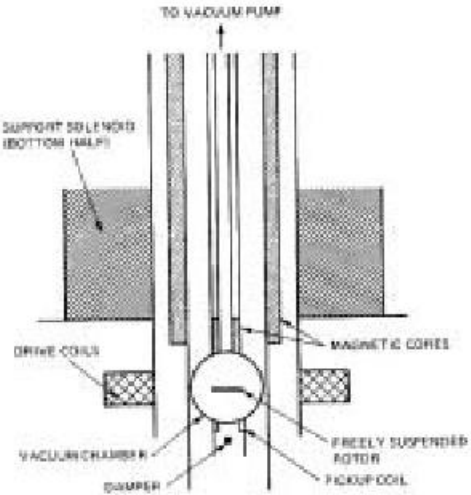


Figure 3. Ultracentrifugal method.

의 접착력을 알 수 있다.

이 방법의 단점으로는 다음과 같은 것들이 있다. 박막에 가해지는 힘이 박막의 중량에 비례하기 때문에 얇은 박막의 경우에는 매우 큰 회전속도를 주어야만 측정이 가능하다. 이렇게 높은 회전속도를 요구하는 박막의 접착력을 측정하기 위해서는 좀더 복잡하고 비용이 많이 드는 실험장치가 필요하다. 그러므로 이 방법은 접착력이 특별히 좋지 않다고 예상되는 접착시스템에만 제한적으로 사용하는 것이 바람직할 것이다. 또한, 로터가 ferromagnetic 성질을 가져야만 하는데, 이러한 요구조건은 다양한 종류의 기판 사용을 제한한다. 물론 ferromagnetic 성질을 갖지 않는 기판을 ferromagnetic 성질을 갖는 로터에 장착하여 사용할 수도 있지만,^[12] 역시 여러 가지 제한조건을 충족시켜야 하고 부가적인 공정이 필요하다.

3.5. Ultrasonic method

이 방법은 Moses와 Witt^[13]가 처음으로 고안해 냈으며, 주로 두꺼운 케인트층의 접착력을 측정하기 위하여 사용되어 왔다. 기본원리는 진폭/진동수를 증가시켜가면서 박막-기판 계에 초음파 진동(ultrasonic vibration)을 가해 박막이 관성력에 의하여 받는 힘을 증가시킨다. 이때 박막에 걸리는 최대 가속도 a 는 $a = 4\pi^2 f A$ 로 주어진다. 여기서 f 는 진동수이고, A 는 진폭이다. 박막/기판 계면에 작용하는 단위면적당의 힘 σ 가 $\sigma =$

ρta (ρ : 박막의 밀도, t : 박막의 두께, a : 최대 가속도)으로 주어지기 때문에 박막이 기관으로부터 분리될 때의 임계 진동수 및 진폭을 알고 있다면 박막의 접착력을 구할 수 있다.

3.6. Scotch tape method

이 방법은 1935년 Strong⁽⁴⁴⁾에 의해 처음으로 제안되었다. 그는 유리기판에 증발증착(evaporation) 방법으로 코팅한 알루미늄 박막의 접착력을 이 방법으로 측정하였다. 이 방법의 개략도를 Figure 4에 나타내었다. Figure 4에서 보는 바와 같이 이 방법은 어떤 일정길이의 접착 테이프를 박막의 표면에 붙였다가 떼어내면서 접착력을 평가하는 방법이다. 만일 박막이 접착테이프에 붙어 기관으로부터 떨어져 나온다면 접착테이프와 박막사이의 접착력이 박막과 기관상의 접착력보다 크다고 말할 수 있다.

이 방법은 합격, 불합격 여부만을 판정할 수 있는 정성적인 방법이다. 그러나 접착력이 다른 여러종류의 접착 테이프를 사용해서 테스트를 하고, 박막에 접착 테이프를 붙일 때 압력을 조절하고, 접착 테이프를 떼어낼 때 peeling 각도 및 속도를 일정하게 유지하면 반정량적인 결과를 얻을 수도 있다.

이 방법은 신속하게 접착력을 평가할 수 있으며 비용이 저렴하다는 장점이 있다.

3.7. Peel test

이 방법은 scotch tape method를 발전시켜 접착력을 정량적으로 측정할 수 있도록 고안된 방법으로, 오래 전부터 접착제의 접착강도 등을 측정하는데 많이 쓰여졌고, 현재도 가장 많이 사용되고 있는 방법 중의 하나이다.

최근에는 전자 산업계에서 금속박막과 절연체 기판 사이의 접착력을 측정하는데 많이 사용되고 있다.⁽¹⁵⁻¹⁷⁾ 일정너비의 유연한 스트립(strip)을 기관으로부터 일정속도로 떼어내면서 인가되는 하중을 측정할 후, 측정된 하중을 스트립의 너비로 나누어 필 강도(peel strength)로 환산한다. 분리되는 띠와 기판 사이의 각도에 따라 90°, 180°, T-peel test 등으로 분류하며 90°peel test가 많이 사용된다. T-peel test는 박막과 기판이 유연한(flexible) 경우에만 사용할 수 있다.⁽¹⁸⁾ 인장 시험기를 이용한 90°peel test 방법

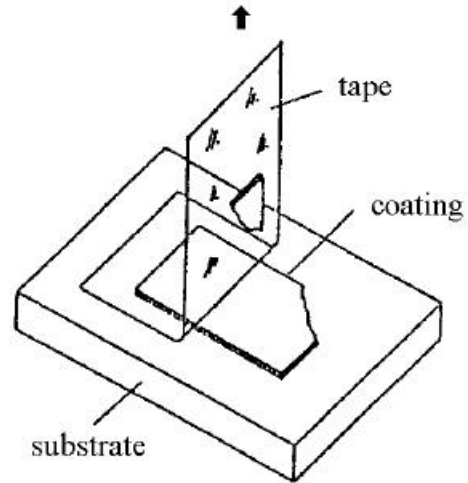


Figure 4. Scotch tape method.

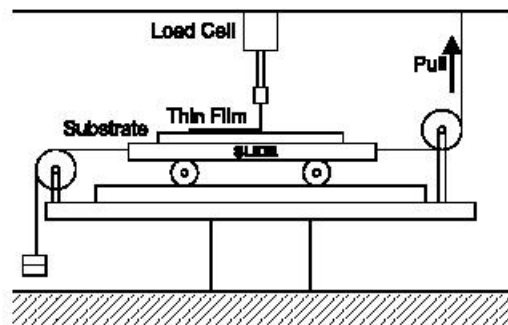


Figure 5. 90° Peel test system.

을 Figure 5에 나타내었다.

이 방법은 여러 가지 장점이 있다. 우선 비교적 시험이 간단하고, 다양한 시편에 적용이 가능하며, 실험 값의 재현성이 뛰어나다. 또한, 측정하는 동안에 만들어지는 필링곡선(peeling curve)으로부터 직접 실험의 성공여부나 측정값의 신뢰도 등을 알 수 있다. 최근에 박영배와 유진⁽¹⁹⁾은 탄성-소성 변형 해석을 통하여 필 강도로부터 실제 계면파괴 에너지를 구하고자 하였다. 이들이 얻은 결론에 의하면 측정된 필 강도의 대부분을 박막의 소성변형에너지가 차지하고 그 나머지만을 계면파괴 에너지가 차지하기 때문에 실험결과를 해석할 때 큰 주의가 요망된다.

반면 단점도 있다. 박막의 두께가 너무 얇거나 두꺼울 경우, 그리고 접착력이 너무 큰 경우에는 접착력의 측정이 불가능하다. 박막의 두께가 너무 얇으면 계면보다 우선하여 박막에서 파괴가 일어나기 때문에 접착력의 측정이 불가능하며,

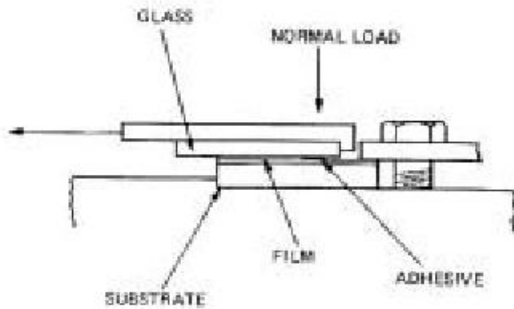


Figure 6. Tangential shear or lap shear method.

이런 경우에는 도금 등을 통하여 박막의 두께를 증가시킨 후 실험을 하여야 한다. 또한 세라믹 박막처럼 취성을 가지고 있는 박막의 경우에도 접착력의 측정이 불가능하다.

금속의 소성 변형 속도가 응력-변형률 곡선(stress-strain curve)에 영향을 주듯이 필링 속도(peeling rate)가 필강도에 영향을 미친다. 일반적으로 필링속도가 증가하면 필강도는 증가한다.

3.8. Tangential shear or lap shear method

이 방법은 시험방법의 편리성으로 인하여 산업체 등에서 많이 사용하고 있으며, 이론적 해석이 비교적 잘 되어 있어서 시험결과와 해석이 비교적 용이하다. 이 방법의 개략도를 Fig. 6에 나타내었다. 이 방법은 다음과 같은 특징을 갖는다.

- bond line을 따라 응력이 균일하지 않고 양 끝단에서 응력집중이 발생한다.
- bond stress의 분포와 failure load가 박막의 두께에 매우 큰 영향을 받는다.
- bond thickness는 failure load에 큰 영향을 미친다.
- overlap폭의 증가에 따라 failure load가 선형적으로 증가한다.
- overlap길이의 증가에 따른 failure load의 증가는 선형적이지 아니다.
- debonding은 stress singularity점인 bond termination부분에서부터 발생한다.

위에 언급한 특징들의 영향을 가능한 감소시키기 위하여 double-lap shear method나 modified-lap shear method를 사용하기도 한다.^[2]

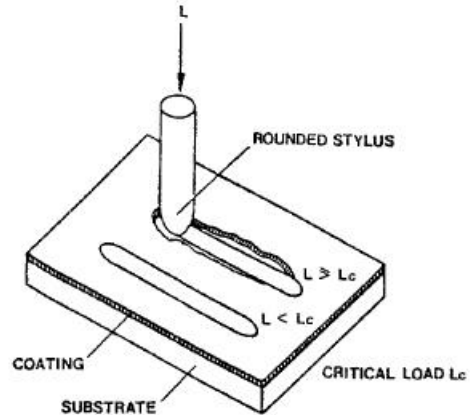


Figure 7. Scratch or stylus test.

3.9. Scratch or stylus test

이 방법은 1950년에 Heavens^[20]에 의하여 고안되었으며, Figure 7에 나타낸 바와 같이 끝이 둥근 탐사침(stylus)을 이용하여 박막의 표면에 하중을 증가시키면서 기판을 이동시켜 박막이 벗겨질 때의 임계 하중 값을 가지고 접착력을 추정하는 방법이다. 현재 보호용 박막(passivation layer)이나 마모 저항용 박막의 접착성을 평가하는데 이 방법이 광범위하게 쓰이고 있다.^[56,57]

이 방법은 다른 방법에 비해 시편준비가 쉽고 간단하여 빠른 측정이 가능하다는 장점이 있는 반면 임계하중과 실제 박막의 접착력과의 관계가 명확히 규명되지 못하여 시험결과와 해석이 어렵다는 단점도 있다. 현재에도 실제 계면결합력과 박막의 기계적 특성과 관계를 규명하기 위하여 많은 연구자들이 노력하고 있다.

3.10. Blister method

이 방법의 개략도를 Figure 8과 9에 나타내었다. 그림에서 보듯이 기판에 뚫린 구멍에 유체(fluid)를 이용하여 압력^[31,32](Figure 8)을 가하거나 직접 점하중(point loading)^[33](Figure 9)을 가하여 박막을 기판으로부터 분리시키는데 필요한 임계압력 또는 임계하중을 구한 후 이로부터 박막의 접착력을 계산해 내는 방법이다.

이 방법으로 얻어지는 접착력은 박막의 두께, 기계적 성질^[29]에 영향을 받는다.

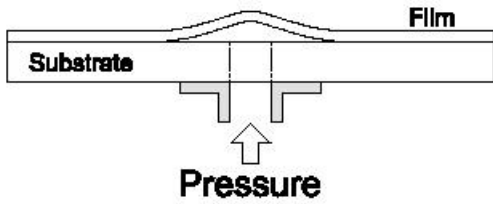


Figure 8. Blister method by pressure loading.

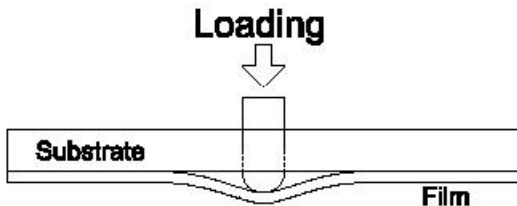


Figure 9. Blister method by point loading.

3.11. Indentation test

이 방법은 먼저 압입(indentation)을 통하여 박막/기판 계면에 균열을 형성시킨 후, 이 균열의 진전이 계면 파괴 인성치(interfacial fracture toughness)와 밀접한 관련이 있다는 것에 근거를 두고 균열진전에 필요한 임계하중을 측정하여 박막의 접착력을 계산하는 방법이다. 압입시 형성된 소성역 근처의 계면균열이 박막이나 기판 내로 침투하지 않고 반드시 계면을 따라 진전해야만 이 방법을 적용할 수 있다. 이 방법의 개략도를 Figure 10에 나타내었다.^[35]

측면균열의 평균적인 변화는 하중 및 계면 파괴인성치 K_{II} 에 의하여 결정되는데, 이는 압입하중과 측면균열의 전파가 어떤 관계를 가지고 있다는 것에 근거를 둔다.

Figure 10에 나타낸 수식에서 A 는 상수이며, E_c 와 ν_c 는 각각 박막의 영계수(Young's modulus)와 포아슨 비(Poisson's ratio)이다.

이 방법의 장점은 P_c 와 K_{II} 와의 관계가 기판의 경도에 무관하게 어떤 일정한 관계를 보여 해석이 쉽다는 것이다. 실제로 비슷한 방법인 scratch test의 경우, 기판의 경도가 큰 문제가 된다.

3.12. Tensile test

이 방법은 direct pull-off test의 단점을 보완하고자 개발된 방법으로 박막/기판 복합 재료를 그대로 인장시키면서 박막이 부서지면서(spall-

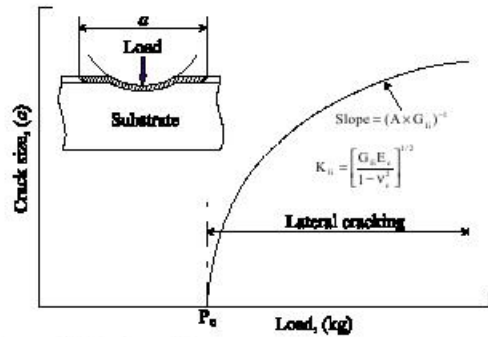


Figure 10. Indentation test.

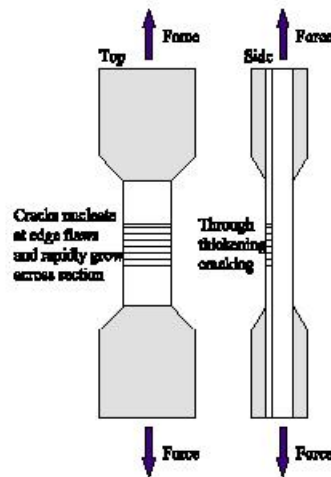


Figure 11. Tensile test.

ing) 균열이 생성되고 전파되는 양상을 관찰하여 접착력을 평가하는 방법이다. 박막/기판 계면에 작용하는 응력이 시편의 기하학적 형상과 박막과 기판의 compressibility에 따라 복잡하게 변한다. 따라서 debonding 양상이 박막과 기판의 상대적인 기계적 성질 및 접착력에 의하여 좌우되며, 이때 박막 및 기판의 기계적 성질을 알고 있으면 접착력의 추정이 가능하다. 이 방법을 개략도를 Figure 11에 나타내었다.

취성박막/연성기판(예를 들어 thin metal film/polymer substrate)의 경우 이 측정방법을 쉽게 적용할 수 있다. 이 경우 균열은 인장방향에 수직하게 발생되며, 일단 진전이 시작되면 박막/기판 계면에서 박리(delamination)가 일어나며 박막에 작용하는 인장응력은 균열이 발생되면서 완화된다. 더 이상 응력이 가해지면 포아슨 비(ν) 차이에 의해 균열 사이의 박막이 spalling을 일으킨다.

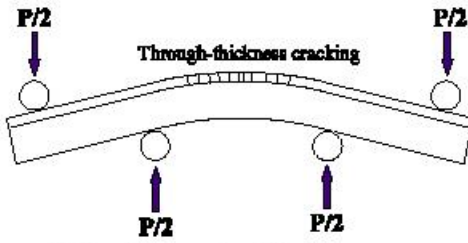


Figure 12. Bending test for thin film.

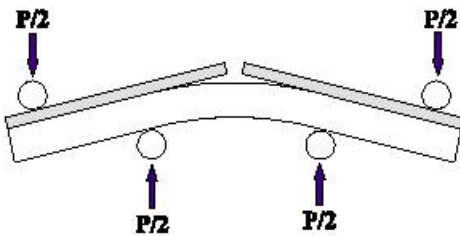


Figure 13. Bending test for thick film.

이 방법을 이용하여 접착력을 측정할 때 문제가 되는 것은 시편에 축대칭 인장응력(axis-symmetric tensile stress)을 가하는 것이 불가능하다는 것이다. 따라서 시편에 bending moment가 작용하게 되고, 이로 인하여 응력집중이 더욱 심화되어 debonding에 필요한 임계 하중이 감소하게 되어 data scattering이 심해지게 된다.

3.13. Bending test

이 방법은 Figure 12에 나타낸 것과 같이 4점-굽힘실험을 통하여 tensile test와 비슷한 상황을 만들어 줌으로써 박막의 접착력을 평가할 수 있으며,^[63] 플라즈마 스프레이 코팅 등에 형성된 막처럼 막이 두꺼울 경우에는 Figure 13에 나타낸 방법을 이용하여 접착력을 평가할 수 있다.^[64] 이 경우 굽힘응력이 증가하면 균열진전의 구동력이 없어질 때까지는 균열의 진전이 일어나기 때문에 Figure 14에 나타낸 것처럼 하중-변위 곡선으로부터 균열진전에 필요한 임계 하중을 구할 수 있다.

3.14. Double cantilever beam (DCB) test

이 방법은 벌크재료(bulk material)의 파괴인성치를 측정하는 원리를 이용한 것으로 접착제

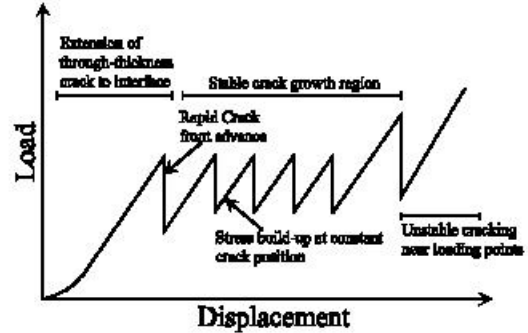


Figure 14. Load-displacement curve for thick-film bending test.

를 이용하여 박막이 증착된 빔(beam)을 보조 빔에 붙인 후 하중을 가함으로써 접착력을 계면 파괴 인성치, G_{ic} 로 구할 수 있다.^[42]

$$G_{ic} = \frac{P_c^2}{2w} \frac{dC}{dl} \quad (8)$$

여기서 P_c 는 균열 진전이 시작되는 임계 응력이며 w 는 시편의 폭이고, C 와 l 은 각각 시편의 compliance와 균열의 길이이다.

초기 균열을 형성하여 주는 것이 반드시 필요하지만, 실제로 균열의 길이를 측정하기는 매우 어렵다. 따라서, 이미 박막이 입혀지지 않은 시편을 이용하여 compliance와 균열 길이의 관계를 구한다.

이 방법을 이용하여 steel 기판에 진공에서 플라즈마 코팅으로 알루미늄을 증착한 경우 $5.8 \sim 11.95 \text{ J/m}^2$ 의 접착력이 얻어졌고,^[58] 같은 재료를 대기 중에서 증착한 경우에는 21 J/m^2 의 접착력이 얻어졌다. 이러한 차이는 증착조건이 달라서 잔류 응력 값이 다르기 때문이라고 설명하였다.

3.15. Shockwave methods

이 방법은 박막/기판 계에 shock wave를 통한 기계적인 충격을 가하여 기판으로부터 박막의 박리(delamination)되는 데에 필요한 에너지를 측정하여 접착력을 평가하는 방법이다.^[59-63] Shock wave를 발생시키는 방법에는 erosive particle를 이용한 방법^[62]과 laser beam^[59-61]을 이용한 방법이 있다.

3.16. Pulsed laser or electron beam method

이 방법은 Anderson과 Goodman^[43]에 의하여 처음으로 시도되었으며, 다음과 같은 방법을 통하여 실험이 진행된다. 먼저 부분적으로 박막이 입혀진 기판을 준비한다. 이 기판의 uncoated area에 pulsed laser 또는 electron beam을 조사하여 준다. 그러면, compressive wave가 시편에서 발생하여 시편 내를 전파하게 된다. 이 compressive wave는 coated surface에서 반사하며, 기판의 free surface(uncoated surface)에서도 반사가 되는데, wave form이 거의 같은 진폭의 tensile wave로 바뀐다. 이 tensile wave의 진폭은 초기의 input energy의 크기에 의하여 결정된다.

이 방법을 실제로 사용하기엔 여러 가지 어려움이 따른다. 일단 정확한 실험이 되어야 하고, 얻어진 실험 결과를 비교할 수 있는 simulation 결과가 있어야 한다.^[61]

3.17. Abrasion method

이 방법은 원래 1930년에 개발된 박막 내구성 평가 방법(abrasion-resistance test)을 응용하여 접착력 측정 방법으로 사용하는 것이다. Schossberger와 Franson^[47]은 glass 기판 위에 진공 증착된 알루미늄박막의 접착력을 평가하기 위하여 이 방법을 사용하였다.

박막의 내구성은 박막의 표면을 emery loaded rubber로 연마해서 평가하는데, 박막의 내구성은 박막의 hardness뿐 아니라 박막의 접착력 과도 관계되어 있기 때문에 접착력의 평가가 가능하다.

이 방법은 어떤 측면에서 편리하기도 하지만, stripping과 burnishing의 부가공정이 필요하고 정성적인 방법이라는 단점이 있어 널리 사용되지 못하고 있다.

3.18. Cathodic treatment method

이 방법은 오래된 방법으로 blister method와 유사한 방법이다. Blister method와 다른 점은 유체(fluid)로 수소(hydrogen)가 사용된다는 점이다. 박막/기판 계를 electrochemical cell에서

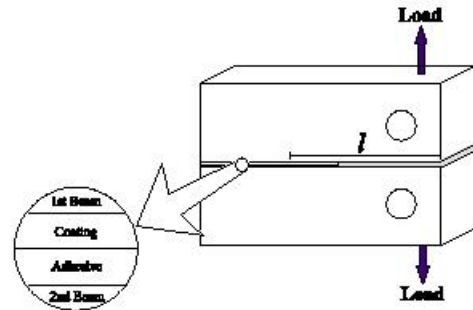


Figure 15. Double cantilever beam (DCB) test.

cathode로 만들어 주어 전기 화학 반응을 일으켜 박막/기판 계면에 수소가 모이도록 하여 blistering을 발생시켜 접착력을 측정하는 방법이다.^[1]

이 방법을 사용하려면 기판이 반드시 금속이어야 하고, 박막과 수소가 반응을 일으키지 않아야 한다. 정성적인 측정 방법이기 때문에 이용에 제한이 따른다.

3.19. Thermal method

이 방법은 박막이 기판과 화학적으로 반응할 때 방출되는 에너지(energy liberated)가 heat of solution of the film에서 energy of adhesion between the film and the substrate를 뺀 값과 같다는 것에 근거를 두고 microcalorimeter^[50]로 방출되는 열량을 측정하여 접착력으로 환산하는 방법이다.

Chapman^[51]은 이 방법을 NaCl 기판 위에 진공 증착된 금속 박막의 접착력 측정에 이용하였다.

이 방법을 이용하려면 정확한 열량을 측정할 수 있어야 하는데, 박막과 기판의 반응열이 매우 작을 경우에는 이 방법의 이용이 불가능하다.^[52]

3.20. Capacitance method

이 방법은 Nekrasov^[53]가 특허낸 방법으로 자세한 방법은 Bullett와 Prosser^[54]가 쓴 논문에서 잘 나와 있다.

개략적인 방법을 소개하면 다음과 같다. Elastic electrode를 박막이 증착된 금속기판 위에 위치시킨 후 electrode의 absolute capacitance를 매우 낮은 진동수(very low frequency, vlf) 및 매우 높은 진동수(very high frequency, vhf)

에서 각각 측정하여 capacitance(C)의 차이를 높은 진동수에서의 capacitance로 나누어 coefficient를 만든다. 즉, coefficient = $(C_{vbf} - C_{vlf})/C_{vbf}$ 가 된다. 이 coefficient가 접착력과 역수 관계에 있다는 사실로부터 접착력을 계산해 낸다.^[1]

이 방법이 비록 접착력에 대한 정량적인 정보를 주기는 하나, 그 정보를 그대로 믿기에는 다소 위험이 따른다.

3.21. X-ray method

이 방법은 비파괴(non-destructive) 접착력 측정 방법의 하나로 단결정 기관(Si 등)에 증착된 epitaxial film들의 접착력을 정성적으로 측정할 수 있는 방법이다.^[55]

이 방법은 X-ray 회절을 이용하여 박막/기관 계면의 변형량(strain)과 접착력이 매우 약한 박막이 증착된 기관의 diffraction contrast를 측정하여 비교함으로써 접착력에 대한 정성적인 정보를 얻을 수 있다.

이 방법은 에피증착된 박막의 접착력을 상대적으로 비교할 수는 있지만, 일반화하여 사용하기에는 곤란하다.

4. 맺음말

본 원고에서는 많이 사용되는 접착력 측정방법을 중심으로 여러 가지 접착력 측정방법을 살펴 보았으며 다음과 같은 결론을 얻을 수 있다.

1. 각각의 접착력 측정방법은 그 본질도 다르고, 해석방식도 다르기 때문에 다른 방법으로 측정된 접착력 값들을 직접 비교할 수는 없다.
2. 접착력은 두 가지 방식으로 측정될 수 있다. 하나는 단위면적을 분리시키는데 필요한 힘의 최대 값(peak force/unit area)을 측정하는 것이고 다른 하나는 단위면적을 분리시키는데 필요한 에너지(energy/unit area)를 측정하는 것이다. 두 재료 사이에 작용하는 힘과 거리(distance of separation)와의 관계를 명확히 알지 못하면 이들 둘 사이의 관계도 명확히 알 수 없다.
3. 접착력을 peak force/unit area로 측정할 경우 상대적으로 약한 부분의 접착력은 무시되

고 가장 강한 부분의 접착력만이 peak force에 기여하기 때문에 주의가 요망된다. 어떤 경우에는 강한 부분의 접착력보다 약한 부분의 접착력이 더 중요할 수도 있다.

4. 접착력 측정방법의 선택에도 특별한 규칙은 없다. 다만 실제 사용환경에 가장 가까운 접착력 측정방법을 선택하여 접착력을 측정하는 것이 최선이라 하겠다. 예를 들어, 마모/마찰과 관련된 분야에 사용되는 박막이라면 scratch test나 abrasion method를 사용하여 접착력을 측정하는 것이 좋을 것이고, thermal barrier에 사용되는 박막이라면 pulsed laser method를 사용하여 접착력을 측정하는 것이 좋을 것이다.

참고 문헌

1. K. L. Mittal, *Electrocomp. Sci. Technol.*, **3**, 21 (1976).
2. K. L. Mittal, *Adhesion Measurement of Thin Films, Thick Films, and Bulk Coatings* Amer. Soc. Testing Materials Special Technical Publication, p. 640 (1977).
3. R. B. Belsler and W. H. Hicklin, *Rev. Sci. Instrum.*, **27**, 293 (1956).
4. G. Katz, *Thin Solid Films*, **33**, 99 (1976).
5. R. Jacobsson, *Thin Solid Films*, **34**, 191 (1976).
6. P. Bodo and J.-E. Sundgren, *J. Appl. Phys.*, **60**, 1161 (1986).
7. D. W. Butler, *J. Phys.*, (E) *Sci. Instrum.* **8**, 979 (1970).
8. F. D. Hallwoth, *Automotive and Aviation Ind.* **95**, 30 (1946).
9. J. W. Beams, *Science*, **120**, 619 (1954).
10. J. W. Beams, J. Breazeale, and W. L. Bart, *Phys. Rev.*, **100**, 1657 (1955).
11. J. W. Beams, *Tech. Proc. Amer. Electroplaters Soc.*, **43**, 211 (1956).
12. W. H. Dancy, Jr. and A. Zavarella, *Plating*, **52**, 1009 (1965).
13. S. Moses and R. K. Witt, *Ind. Eng. Chem.*, **41**, 2338 (1949).
14. B. Champman, *Glow Discharge Process*, John Wiley and Sons, New York, (1980)

15. Y. H. Kim, Y. S. Chaug, N. J. Chou, and J. Kim, *J. Vac. Sci. Technol.*, **A5**, 2890 (1987).
16. K.-S. Kim and J. Kim, *J. Eng. Mater. Technol.*, **110**, 266 (1988).
17. J. Kim, K. S. Kim and Y.-H. Kim, *J. Adhesion Sci. Technol.*, **3**, 175 (1989).
18. ASTM D 1876-72.
19. Y. B. Park and J. Yu, *Mater. Sci. Eng.*, **A266**, 261 (1999).
20. O. S. Heavens, *J. Phys. Radium*, **11**, 335 (1950).
21. A. J. Perry, *Surface Eng.*, **3**, 183 (1986).
22. M. J. Laugier, *J. Mater. Sci.*, **21**, 2269 (1986).
23. J. Valli, *J. Vac. Sci. Technol.*, **A4**, 3007 (1986).
24. P. J. Burnett and D. S. Rickerby, *Thin Solid Films*, **154**, 403 (1987).
25. S. J. Bull, D. S. Rickerby, A. Matthews, A. Leyland, A. R. Pace, and J. Valli, *Surf. Coat. Technol.*, **36**, 503 (1988).
26. S. J. Bull and D. S. Rickerby, *Brit. Ceram. Trans. J.*, **88**, 177 (1989).
27. P. Hedenqvist, M. Olsson, S. Jacobson, and S. Soderberg, *Surf. Coat. Technol.*, **41**, 31 (1990).
28. S. J. Bull, D. S. Rickerby, *Surf. Coat. Technol.*, **42**, 149 (1990).
29. J. W. Hutchinson and Z. Suo, *Adv. Appl. Mech.*, **29**, 167 (1992).
30. K. T. Wan, *J. Adhesion*, **70**, 209 (1999).
31. 김재현, 모아레방법을 이용한 박막의 기계적 성질 측정에 관한 연구, 석사학위논문, 한국과학기술원, 대전 (1996).
32. G. P. Anderson, K. L. Devries, and M. L. Williams, *Int. J. Fract.*, **10**, 565 (1974).
33. K. M. Liechti and Y.-M. Liang, *Int. J. Fract.*, **55**, 95 (1992).
34. S. S. Chiang, D. B. Marshall, and A. G. Evans (eds) "Surfaces and Interfaces in Ceramic-metal systems", Plenum, New York, 603 (1981).
35. P. C. Jindal, D. T. Quinto, and G. J. Wolfe, *Thin Solid Films*, **154**, 361 (1987).
36. D. B. Marshall and A. G. Evans, *J. Appl. Phys.*, **56**, 2632 (1984).
37. C. Rossington, D. B. Marshall, A. G. Evans, and B. T. Khuri-Yakub, *J. Appl. Phys.*, **56**, 2639 (1984).
38. A. J. Kinloch, *J. Mater. Sci.*, **17**, 617 (1982).
39. C. P. Anderson, et al., *Treatise on Adhesion & Adhesive*, Vol. 6, edited by R. L. Patrick (Marcel Dekker, Inc).
40. P. M. Ramsey, H. W. Chandler, and T. F. Page, *Thin Solid Films*, **201**, 81 (1991).
41. S. J. Howard and T. W. Clyne, *Surf. Coat. Technol.*, **45**, 333 (1991).
42. C. C. Bernt and R. McPherson, *Mater. Sci. Res.*, **14**, 619 (1981).
43. N. C. Anderson and A. Goodman, A technique for measuring the adhesion of thin films and the dynamic tensile strength of bonds, with commercial applications, Technical Report Published from Sandia Laboratories, Albuquerque, New Mexico, March 7 (1972).
44. J. Strong, *Rev. Sci. Instrum.*, **6**, 97 (1935).
45. L. Holland, *Vacuum deposition of thin films*, Chapman & Hall Ltd., London, 88 (1956).
46. E. M. Ruggiero, in *Proc. 14th Ann. Microelectronics Symp.*, St. Louis Section IEEE, May 24-26, IEEE, New York, 6B-1 (1965).
47. F. Schossberger and K. D. Franson, *Vacuum*, **9**, 28 (1959).
48. D. Davies and B. Whittaker, *Metall. Rev.*, **12**, 15 (1967).
49. D. S. Campbell, "Mechanical Properties of Thin Films" in L. I. Maissel and R. Glang (eds) "Handbook of Thin Film Technology", p. 12-12 McGraw-Hill, New York, (1970).
50. E. Calvet and H. Parts, *Recent advances in Microcalorimetry*, Pergamon press, New York, (1963).
51. B. N. Chapman, *The adhesion of thin films*, Ph.D. Thesis, Electrical Eng. Dept., Imperial College, London (1969).
52. B. N. Chapman, *J. Vac. Sci. Technol.*, **11**, 106 (1974).
53. M. M. Nekrasov, U.S.S.R. Patent 127063.
54. T. R. Bullett and J. L. Prosser, *Prog. Org. Coatings*, **1**, 45 (1972).
55. K. L. Chopra, "Thin Film Phenomena", McGraw-Hill Book Company, New York, 313 (1969).
56. P. A. Steinmann and H. E. Hintermann, *J. Vac. Sci. Technol.*, **A7**, 2267 (1989).
57. P. J. Burnett and D. S. Rickerby, *Thin Solid Films*, **157**, 233 (1988).

58. R. Kingswell, Ph.D. Thesis, Brunel University, (1992).
59. R. L. Loh, C. Rossington and A. G. Evans, *J. Am. Ceram. Soc.*, 69 (1989).
60. J. L. Vossen in K. L. Mittal (ed) "Adhesion Measurement of Thin Films, Thick Films, and Bulk Coatings" p. 122 ASTM Special Technical Publication-640, (1978).
61. V. Gupta, A. S. Argon, J. A. Cornie and D. M. Parks, *Mat. Sci. Eng.*, A126, 105 (1990).
62. W. E. Snowden and I. A. Aksay in J. Pask and A. G. Evans (eds), *Surfaces and Interfaces in Ceramic and Ceramic-metal System*, Plenum, New York, 651 (1981).
63. P. A. Steinmann and H. E. Hintermann, *J. Vac. Sci. Technol.*, A7, 2267 (1989).