

## 초음파 현미경을 이용한 나노 박막의 접합 강도 평가

### Evaluation of Adhesive Strength for Nano-Structured Thin Film by Scanning Acoustic Microscope

박태성\*, 광동열\*, 박익근\*<sup>†</sup>, Chiaki Miyasaka\*\*

Tae-Sung Park\*, Dong-Ryul Kwak\*, Ik-Keun Park\*<sup>†</sup> and Chiaki Miyasaka\*\*

**초 록** 최근 나노 박막은 MEMS/NEMS, 광학 코팅, 반도체 산업 등 다양한 분야에서 사용이 되고 있다. 박막은 마모, 침식, 부식, 고온 산화를 방지하기 위한 목적으로 사용될 뿐 아니라 특성화된 자기, 유전적 특성을 만들기 위한 목적으로 사용된다. 많은 연구자들이 이러한 박막 구조의 특성(밀도, 입자 크기, 탄성 특성, 필름/기저 계면의 특성)을 평가하기 위하여 많은 연구를 진행하고 있다. 이들 중에 박막과 기저 사이의 접합 특성을 평가하는 것이 많은 연구자들의 주 관심사가 되어 왔다. 본 연구에서는 나노 박막의 접합 특성을 평가하기 위하여 각기 다른 접합 특성을 가지는 폴리머 박막 시험편을 제작하였다. 제작된 시험편의 접합 특성을 측정하기 위하여 초음파현미경의  $V(z)$  곡선법을 이용하여 표면파의 속도를 측정하였다. 또한 계면을 포함하는 시험편의 표면을 전파하는 표면파의 속도와 접합력의 상관관계를 확인하기 위해 나노 스크래치 시험을 적용하였다. 그 결과 초음파현미경을 이용하여 측정된 표면파의 속도와 나노스크래치 시험을 이용한 임계하중이 일치하는 경향성을 나타내었다. 결론적으로 초음파현미경의  $V(z)$  곡선법은 나노 스케일 박막 계면에서의 접합 상태를 평가할 수 있는 기법으로 그 가능성을 나타내었다.

**주요용어:** 초음파현미경,  $V(z)$  곡선, 접합 강도, 표면파 속도, 폴리머 박막, 스핀 코팅

**Abstract** In recent years, nano-structured thin film systems are often applied in industries such as MEMS/NEMS device, optical coating, semiconductor or like this. Thin films are used for many and varied purpose to provide resistance to abrasion, erosion, corrosion, or high temperature oxidation and also to provide special magnetic or dielectric properties. Quite a number of articles to evaluate the characterization of thin film structure such as film density, film grain size, film elastic properties, and film/substrate interface condition were reported. Among them, the evaluation of film adhesive to substrate has been of great interest. In this study, we fabricated the polymeric thin film system with different adhesive conditions to evaluate the adhesive condition of the thin film. The nano-structured thin film system was fabricated by spin coating method. And then  $V(z)$  curve technique was applied to evaluate adhesive condition of the interface by measuring the surface acoustic wave(SAW) velocity by scanning acoustic microscope(SAM). Furthermore, a nano-scratch technique was applied to the systems to obtain correlations between the velocity of the SAW propagating within the system including the interface and the shear adhesive force. The results show a good correlation between the SAW velocities measured by acoustic spectroscopy and the critical load measured by the nano-scratch test. Consequently,  $V(z)$  curve method showed potentials for characterizing the adhesive conditions at the interface by acoustic microscope.

**Keywords:** Scanning Acoustic Microscope,  $V(z)$  Curve, Adhesion Strength, Surface Acoustic Wave Velocity, Polymeric Film, Spin Coating

## 1. 서론

최근 MEMS/NEMS 구조물, 디스플레이, 광학코팅, 반도체와 같은 다양한 분야에서 나노 구조의 박막이 적용되고 있다. 박막은 마모, 침식, 부식, 마손, 변색, 방사선 손상, 고온 산화를 방지하기 위한 목적으로 사용될 뿐 아니라 마찰, 전기저항성을 줄이고 특성화된 자기, 유전적 특성을 만들기 위한 목적으로 사용된다. 많은 연구자들이 이러한 박막 구조의 특성(밀도, 입자 크기, 미세구조, 탄성 특성, 박막/기지 계면의 계면 특성)을 평가하기 위하여 다양한 기법들을 개발하고 적용하여 왔다[1]. Strong 등은 ‘scotch tape test’을 제안함으로써 박막 접합계면에서의 접합 강도를 평가하고자 하였다[2]. Markus 등은 PWB (printed wiring boards) 구리 기판 위에 에폭시(expoxy)를 코팅하고 이에 대한 접합 강도를 ‘pull off’ 시험을 통하여 평가하고자 하였다[3]. 또한 Heavens 등은 스크래치 시험(scratch test)을 통하여 임계하중(critical load)을 측정함으로써 박막과 기지 사이의 접합 강도를 평가하였다[4]. 하지만 이러한 기법들은 모두 파괴적인 기법으로서 재료에 손상을 주어 실험 후에 박막의 기능을 유지할 수가 없게 된다. 이러한 이유에서 많은 비파괴적인 기법들이 박막의 특성을 평가하는데 적용이 되어졌다. 그 중에서도 최근에 박막의 특성을 평가하기 위한 방법으로 초음파현미경이 많은 연구가 되어왔다[5-8]. 최근에는 Miyasaka 등에 의해 기지부와 박막 계면에서 발생하는 딜라미네이션(delamination)을 초음파현미경의 이미지 기법을 이용하여 계면에서의 접합 상태를 평가하는 연구가 진행되었다[9]. 하지만 초음파현미경을 이용한 이미지 기법으로는 나노 스케일 정도의 변화에 기인하는 박막 계면에서의 접합 특성을 평가하기에는 분해능의 한계를 가지고 있다. 이러한 한계를 극복하기 위하여 많은 연구자들이 표면을 따라 전파하는 표면파의 속도를 정밀하게 측정할 수 있는 초음파현미경의  $V(z)$  곡선법을 이용하여 계면에서의 접합 특성을 평가하는 연구를 진행하여왔다. 처음으로 Bray 등은 박막 계면에서 접합 특성에 따른  $V(z)$  곡선을 모델링 하고 실험으로 비교 검증하였다[10]. 최근에 Du 등은 글라스(glass) 위에 Au를 증착하여 접합 강도에 따른 SAW(surface acoustic wave) 속도를 측정하여 접합 강도를 평가

하고자 하였다.

본 연구에서는 코팅 전에 전처리 과정을 달리하여 실리콘 웨이퍼 위에 PR(photo resist)을 스핀 코팅하여 계면에서 서로 다른 접합 강도를 가지는 시험편을 제작하고 초음파현미경의  $V(z)$  곡선법을 이용하여 표면을 따라 전파하는 표면파의 속도를 측정함으로써 계면에서의 접합 특성을 평가 하였다.

## 2. 관련 이론

### 2.1. 표면파 속도 측정

이론적으로  $V(z)$  곡선은 정반사성 음파(specularly reflected acoustic waves)와 누설표면파(leaky surface acoustic wave)의 간섭에 의해 설명될 수 있다. Fig. 1에서와 같이 만약 음향 렌즈의 반구경각(half aperture angle)이 표면파를 발생시키기 위한 임계각보다 클 경우 누설표면파(leaky surface wave)가 발생되며 표면을 따라 전파하게 된다. 이 때 시험편 표면을 따라 전파하는 표면파(경로 #2)는 접촉매질로 에너지를 방사한다. 이 때 사용되는 모드가 버스트 모드(burst mode)일 경우 누설표면파는 정반사성 음파(경로 #1)와 서로 간섭을 일으키게 되고 이러한 간섭이 음향렌즈와 시험편 간의 거리에 따라 전압이 주기적으로 변화하는 그래프를 형성하게 된다. 이러한 현상에 의해 발생하는 전압 변화의 그래프를  $V(z)$  곡선이라 부른다. 이러한 현상이 Weglein에 의해 발견된 후  $V(z)$  곡선을 이론적으로 설명하기 위한 다양한 모델들이 연구가 되어왔다. 이러한 모델은 크게 두

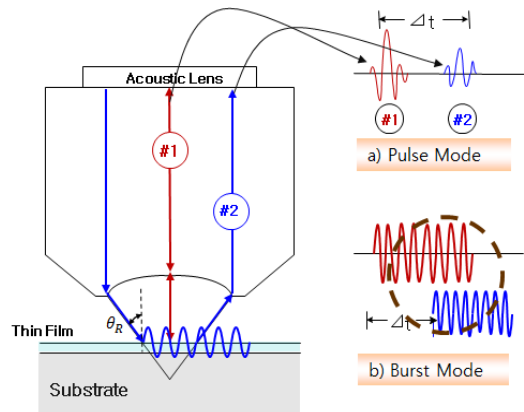


Fig. 1 Schematic diagram of scanning acoustic microscopy

가지로 분류될 수 있는데 한 가지는 광선 추적법 모델이고 다른 한 가지는 파동이론 모델이다.

본 연구에서는 표면파 속도(surface acoustic wave velocity)를 측정하기 위하여 Weglein의 광선 추적법 모델을 발전시킨 Pamon and Bertoni 광선 추적법 모델을 사용하였다[11,12]. Weglein 모델에서  $V(z)$  곡선은 2차 임계각 근처에서 탐촉자에 수직으로 반사되어 들어오는 벌크파와 시험편의 표면을 따라 전파하는 표면파의 간섭에 의하여 형성된다.  $V(z)$  곡선의 한 파장의 간격 ( $\Delta z$ )은 표면파의 속도와 2차 임계각으로 표현할 수 있다. 음향 렌즈가  $\Delta z$  거리만큼 시험편 쪽으로 디포커싱될 때 두 파의 에너지가 임계각 근처에서 매질로 전달된다. 두 개의 파가 시험편 표면을 따라 전파하는 동안 표면파는 레일리각  $\theta_R$ 에서 에너지를 접촉 매질로 방사한다. 이때의 두 경로의 위상차는 식(1)과 같이 표현할 수 있다.

$$\phi = 2\pi \left( \frac{\Delta z \tan \theta_R}{\lambda_R} \right) \quad (1)$$

여기서  $\lambda_R$ 는 표면파의 파장이다. 이 위상차에 의해 발생하는 탐촉자의 전압의 변화는 식(2)와 같이 표현할 수 있고 주기적인 간격  $\Delta z$ 는 식(3)과 같이 표현된다.

$$V_{out} = V_0 \sin \left( \frac{\pi \Delta z \tan \theta_R}{\lambda_R} \right) \quad (2)$$

$$\Delta z = \frac{\lambda_R}{\tan \theta_R} \quad (3)$$

Pamon과 Bertoni는 시험편으로부터 수직으로 반사되어지는 경로와 표면파 경로의 간섭에 의해 발생하는  $V(z)$  곡선의 주기적 간격을 더 정확하게 표현하기 위하여 Weglein 모델을 발전시켜 식(3)과 같이 표현하였다.

$$V_{SAW} = \frac{V_w}{\sqrt{1 - \left( 1 - \frac{1}{2} \cdot \frac{V_w}{\Delta z \cdot f} \right)^2}} \quad (4)$$

여기서  $V_{SAW}$ 은 표면파의 속도,  $V_w$ 는 물에서의 속도,  $f$ 는 사용 주파수, 그리고  $\Delta z$ 는 주기적 간격을 나타낸다.

Jikai 등은 계면에서의 접합 강도가 이 표면파

속도에 어떤 영향을 미치는지를 이론적으로 해석하기 위하여 기지와 박막 사이에 계면층을 가정하고 계면층에서의 강성계수의 변화에 따른 초음파 속도의 변화를 이론적으로 계산하였다. 이 연구에서 계면층의 강성계수가 증가할수록 즉, 접합강도가 증가할수록 표면파의 속도가 증가된다고 보고하였다[13].

## 2.2. 임계하중의 측정

접합일(work of adhesion)은 부착된 두 물질이 분리하는데 필요한 단위면적당 일의 양으로 정의할 수 있다. 접합일은 코팅된 재료의 계면에서의 접합 특성을 평가하기 위한 중요한 인자 중에 하나이다. 그러나 실제 스크래치 시험을 통하여 접합일을 측정하는 것은 매우 어려운 일이다. 따라서 기지로부터 코팅이 떨어지는 순간의 하중, 즉 임계하중(critical load)을 측정하여 접합일을 계산하게 된다. 이러한 이유에서 임계하중과 접합의 상관성을 규명하기 위한 많은 모델들이 제안되어졌다. Laugier는 에너지 평형이론을 통하여 접합일은 압축응력과 전단응력에 관련되며 식(5)와 같이 표현될 수 있다고 보고하였다[14].

$$W_{AD} = \frac{\sigma^2 t}{2E} + \frac{\tau^2 t}{2G} \quad (5)$$

여기서  $W_{AD}$ 는 접합일,  $t$ 는 코팅 두께,  $E$ 는 탄성계수  $G$ 는 전단탄성계수  $\sigma$ 는 압축응력,  $\tau$ 는 전단응력을 나타낸다. 일반적으로 스크래치 시험에서 작용되는 전단응력은 코팅층이 떨어지면서 발생하는 압축응력에 비해 매우 작다. 따라서 식(5)의 두 번째 항은 무시할 수 있으며 식(6)과 같이 다시 쓸 수 있다[15].

$$\sigma = \left( \frac{2EW_{AD}}{t} \right)^{1/2} \quad (6)$$

여기서  $A$ 는 접촉면적이고  $F$ 는 작용하는 힘이다. 이 이론을 바탕으로 Bull과 Rickerby는 스크래치 시험이 진행되는 동안 다이아몬드 팁에 의해 압축응력이 전달될 때 다이아몬드 팁의 절반만이 접촉한다고 가정하였다[16,17]. 따라서 압축응력은 수직으로 작용하는 힘  $F$  대해 식(7)과 같이 표현되어진다.

$$\sigma = \frac{8F}{\pi d^2} \tag{7}$$

여기서  $d$ 는 스크래치 폭을 나타낸다. 계면에서 파괴가 일어나는 순간( $F=L_c$ )에 임계하중  $L_c$ 는 식 (6),(7)에 의해 다음과 같이 표현되어 진다[18,19].

$$L_c = \frac{\pi d^2}{8} \left( \frac{2EW_{AD}}{t} \right)^{1/2} \tag{8}$$

식(8)에서  $L_c$ 를  $d^2/t^2$ 의 함수로 나타내면 기울기가  $\frac{\pi}{8}(2EW_{AD})^{1/2}$ 인 직선으로 나타낼 수 있다. 만약 탄성계수와 코팅 층의 두께를 알고 있다면 임계하중을 측정함으로써 코팅 층을 분리시키기 위한 힘, 즉 접합일을 구할 수 있다.

### 3. 실험 장치 및 방법

#### 3.1. 초음파현미경

Fig. 2는 본 연구에서 사용된 초음파현미경(scanning acoustic microscope: The Olympus UH3)의 개략도를 나타내고 있다. 표면파(surface acoustic wave; SAW)는 매질을 통해 시험편을 따라 전파하고 음향렌즈가 시험편 쪽으로 디포커싱(defocusing)될 때 탐촉자의 전압이 변화하게 된다. 디포커싱 간격을 연속적으로 변화시키면서 이 전압을 측정함으로써  $V(z)$  곡선을 얻고  $V(z)$  곡선의  $\Delta z$ 를 측정하여 표면파의 속도를 구하였다. 본 연구에서는 400 MHz의 작동 주파수를 가지는 탐촉자가 사용되었으며 이 탐촉자는 산화아연(Zinc

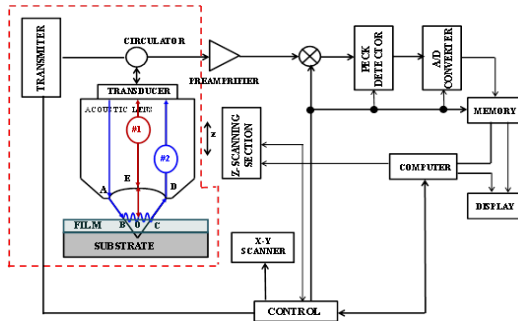


Fig. 2 Schematic diagram of scanning acoustic microscope

Oxide)의 압전체와 사파이어 렌즈로 구성되어 있다. 이 렌즈의 곡률반경은 383  $\mu\text{m}$ , 구경각은 120°, 그리고 포커싱 거리는 577.52  $\mu\text{m}$ 이다. 그리고 접촉 매질로는 탈염수(deionized water)가 사용되었다. 매질에서의 초음파의 속도는 온도에 따라 그 속도가 변화되어진다. 따라서 샘플 스테이지에 히터를 장착하여 그 온도를 일정하게 유지하였다. 본 연구에서는 온도를 21.5°C로 일정하게 유지하여 실험하였다.

#### 3.2. 나노 스크래치 시험

Fig. 3은 나노 스크래치 장비(CSM Instrument NanoScatch Tester model; S/N 01-2526)를 나타내고 있다. 이 때 사용된 팁은 원뿔(spheroconical) 형태의 다이아몬드 팁을 사용하였다. 나노 스크래치 시험을 위하여 시험편은 글라스 슬라이드에 부착하였다. 제작된 시험편의 PR 패턴의 크기를 고려하여 모든 시험편의 스크래치 길이는 120  $\mu\text{m}$ 로 일정하게 하였다. 초기 힘은 0.3 mN으로 하였으며 0.3 mN/s의 속도로 힘을 점진적으로 증가시켰으며 최종 하중은 10 mN으로 설정하였다. 나노 스크래치에 대한 상세한 실험 조건은 Table 1에 나타내었다.

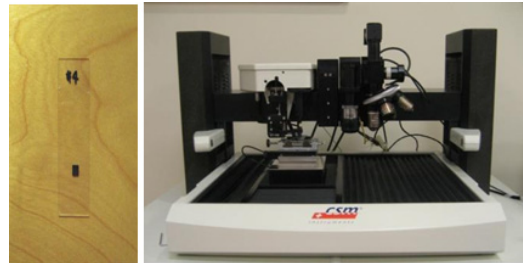


Fig. 3 Schematic diagram of scanning acoustic microscope

Table 1 Experimental conditions of nano-scratch test

| Linear scratch type                | Progressive |
|------------------------------------|-------------|
| Initial load (mN)                  | 0.3         |
| Final load (mN)                    | 10          |
| Loading rate (mN/min)              | 19.4        |
| Scanning load (mN)                 | 0.3         |
| Speed ( $\mu\text{m}/\text{min}$ ) | 240         |
| Length ( $\mu\text{m}$ )           | 120         |
| Acquisition rate                   | 10 Hz       |

3.3. 나노 박막시험편 제작

접합 계면의 특성은 주로 코팅 공정에 의존한다. 본 연구에서는 계면에서의 각기 다른 접합 강도를 얻기 위하여 표면 처리 공정을 제어하였다. Fig. 4는 나노 스케일 박막의 제작 공정을 나타내고 있다. 그림에서와 같이 기지는 실리콘 웨이퍼를 사용하였으며 실리콘 웨이퍼 위에 스핀 코팅 기법을 이용하여 SPR 3012 및 NFR 105G 두 종류의 폴리머를 코팅하였다. 1, 4번 시험편은 코팅 전에 전처리를 수행하지 않았으며 2, 5번 시험편은 접합 강도를 향상시키기 위하여 O<sub>2</sub> 플라즈마 처리를 수행하였으며 3, 6번 시험편은 HMDS (Hexametyldisilazane)를 코팅하였다.

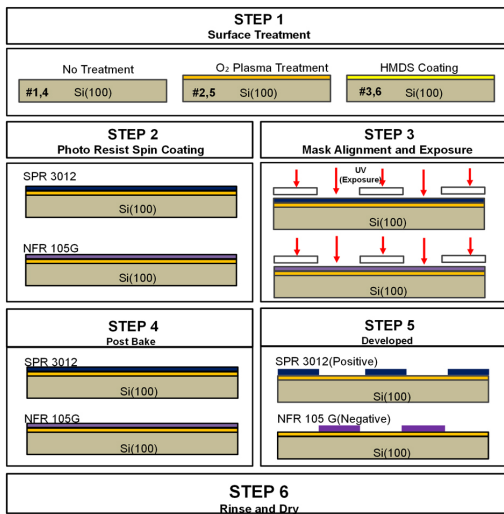
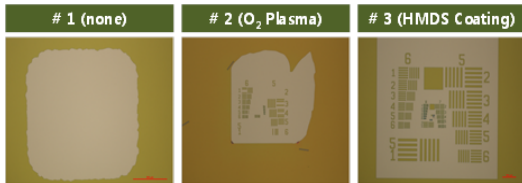
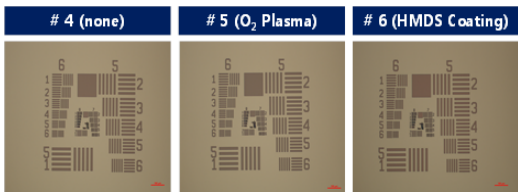


Fig. 4 Fabrication procedure of the thin film system by spin coating method



(a) SPR 3012



(b) NFR 105G

Fig. 5 Optical microscope image on the surface

4. 결과 및 고찰

4.1. 광학현미경 이미지

Fig. 5는 제작된 박막시험편 표면의 광학현미경의 이미지를 나타내고 있다. Fig. 5(a)는 SPR 3012 PR을 스핀 코팅한 시험편 표면의 광학이미지를 Fig. 5(b)는 NFR 105G를 코팅한 시험편을 나타내고 있다. Fig. 5(a)에서 볼 수 있듯이 코팅 전에 아무런 전처리를 하지 않은 시험편에는 PR패턴이 형성되지 않았으며 O<sub>2</sub> 플라즈마 처리를 한 시험편에서는 어느 정도의 패턴이 형성되었음을 확인할 수 있으며 HMDS 코팅 처리를 한 시험편에서는 모든 패턴이 형성되었음을 확인할 수 있다. 이를 통하여 O<sub>2</sub> 플라즈마 처리와 HMDS 코팅 전처리를 통하여 접합의 특성이 향상되었음을 정성적으로 확인할 수 있다. Fig. 5(b)에서는 모든 시험편에서 패턴이 형성되었다. 일반적으로 NFR 105G는 SPR 3012보다 더 좋은 접착 특성을 나타낸다고 알려져 있다. 이러한 이유로 NFR의 경우는 광학현미경 이미지에서는 접합 특성의 변화를 확인할 수 없었다.

4.2. V(z) 곡선법을 이용한 표면파 속도 측정

박막시험편의 접합 특성의 변화에 따른 표면파 속도의 변화를 측정하기 위하여 초음파현미경의 V(z) 곡선법을 이용하였다. 표면파의 속도는 박막의 두께에 영향을 받아 그 속도가 편화될 수 있기 때문에 먼저 박막시험편의 두께를 SEM을 이용하여 측정하였다. Table 2는 측정된 박막시험편의 두께를 나타내고 있다. SPR 3012 시험편의 경우, 모든 시험편이 약 300 nm 정도의 두께로 측정되었으며 NFR 105G 경우에는 약 1 μm 정도로 측정되었다. 두께 측정 후에 초음파현미경을 이용하여 V(z) 곡선을 획득하여 Δz를 측정하여 식(4)를 이용하여 표면파의 속도를 산출하였다. 위에

Table 2 Film thickness measurement by SEM

| No         | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |
|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 1          | 0.329 | 0.347 | 0.295 | 1.032 | 0.985 | 0.985 |
| 2          | 0.328 | 0.337 | 0.295 | 1.055 | 0.984 | 1.055 |
| 3          | 0.337 | 0.338 | 0.295 | 1.043 | 0.985 | 0.985 |
| Mean Value | 0.331 | 0.340 | 0.295 | 1.043 | 0.985 | 0.992 |

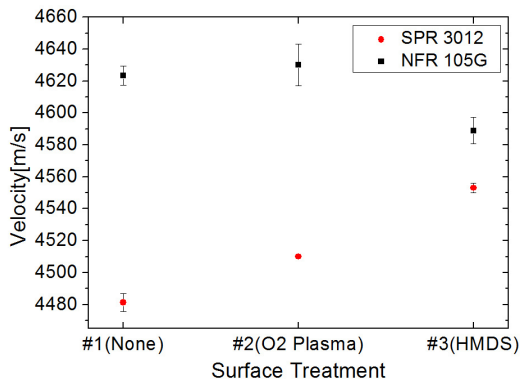


Fig. 6 Change of the SAW velocity

서 언급한 바와 같이 매질에서의 초음파 속도는 온도에 따라 변화하기 때문에 물에서의 온도를 21.5°C로 일정하게 설정하였으며 이때의 물에서의 음속은 1487.17 m/s이다.

Fig. 6은 V(z) 곡선으로부터 측정된 각각의 시험편에서의 표면파의 속도의 변화를 나타내는 그래프이다. 각각의 시험편에서는 일정한 간격을 이동하면서 네 지점에 대한 속도를 측정하여 그 평균값을 그래프로 나타내었다. SPR 3012의 경우 광학 현미경에서 확인된 것과 같이 전처리하지 않은 시험편보다 O<sub>2</sub> 플라즈마 및 HMDS 코팅을 한 시험편에서 속도가 증가하는 것을 확인하였다. 이는 앞에서 언급한바와 같이 O<sub>2</sub> 플라즈마 및 HMDS 코팅 공정이 진행되면서 계면 층의 강성의 증가로 인하여 초음파 속도가 증가한 것으로 생각할 수 있다. 반면에 NFR의 경우에는 O<sub>2</sub> 플라즈마를 한 경우에는 초음파 속도가 약간의 증가를 보였지만 HMDS 코팅을 한 경우에는 속도가 감소하는 경향을 나타내었다. 일반적으로 HMDS 코팅은 친수성 (hydropile) 웨이퍼 표면을 소수성(hydrophobic)으로 변화시켜 접착력을 증대시키기 위해 사용되는데 이러한 경우 실리콘 표면이 소수성이 되어 유기오염물에 오염되기 쉽다. 유기오염물은 분자형 오염물로서 소수성 PR 잔류물이 주원인인데, 오염물은 소수성 표면 성질을 가지고 있으므로 세정 효과를 크게 감소시키고, 제거되지 않고 남아 있을 시에는 증착되는 박막의 부착을 저해하게 된다[20]. 따라서 HMDS 코팅을 한 경우에는 O<sub>2</sub> 플라즈마 등을 이용하여 유기오염물을 제거하는 세정 공정이 반드시 수행되어야 하는데 본 연구에서는 HMDS에 의한 영향만을 확인하기 위해 세정 공정을 하

지 않아 이로 인하여 박막의 부착 특성이 저하되어 초음파 속도가 감소된 것으로 생각된다.

### 4.3. 나노 스크래치 시험을 통한 임계하중 측정

박막의 접합 강도 평가를 위해 많이 사용되고 있는 스크래치 시험을 통하여 임계하중(critical load)을 측정하여 박막 계면에서의 접합 강도를 평가하여 그 결과를 V(z) 곡선법을 이용하여 얻어진 표면파의 속도와 비교하였다. Fig. 7은 스크래치 시험된 시험편의 표면의 형상을 나타내고 있으며 스크래치 시험이 진행되는 동안 잔류 두께와 침투 두께에 대한 신호가 동시에 측정되어 진다. 코팅 층이 기지에서 떨어져 나가는 순간 잔류 두께와 침투 두께의 변화의 정도(즉, 기울기 값)가 급격하게 변화하게 되는데 이때의 하중값이 임계하중이 된다.

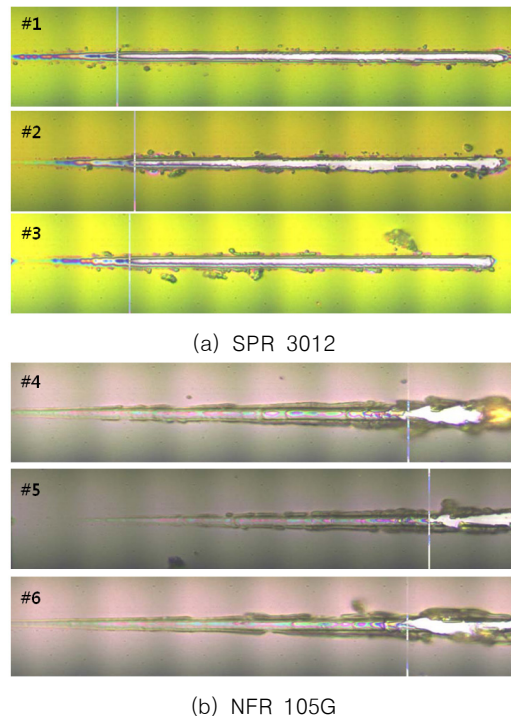


Fig. 7 Scratch panorama for thin film systems

Table 3 Critical load by nano-scratch test

| Sample No. | #1   | #2   | #3   | #4   | #5   | #6   |
|------------|------|------|------|------|------|------|
| 1          | 2.22 | 2.13 | 2.54 | 8.42 | 8.81 | 8.41 |
| 2          | 1.86 | 2.57 | 2.33 | 8.53 | 8.61 | 8.51 |
| 3          | 2.06 | 2.40 | 2.28 | 8.19 | 8.54 | 7.99 |
| Mean       | 2.05 | 2.37 | 2.38 | 8.38 | 8.65 | 8.31 |

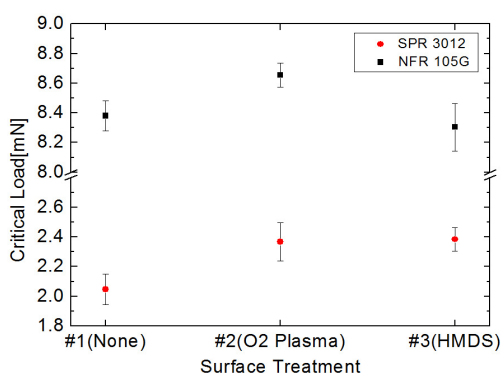


Fig. 8 Change of the Critical Load

Table 3은 각각의 시험편에서 세 번씩 측정된 임계하중 값과 그 평균값을 나타내고 있다.

Fig. 8에는 표면처리 공정에 따른 임계하중의 변화를 확인하기 위하여 측정된 임계하중 값을 나타내었다. SPR 3012 시험편의 경우, O<sub>2</sub> 플라즈마 처리된 시험편 및 HMDS 코팅된 시험편의 경우 임계하중이 증가하는 것을 확인할 수 있다. 이는 표면과 속도의 결과와 마찬가지로 계면에서의 강성의 증가로 인하여 임계하중 값이 증가한 것이다. NFR의 경우에도 초음파현미경을 이용한 표면과 속도의 변화와 같은 경향성을 나타내었다.

## 5. 결론

본 연구에서는 폴리머 박막 계면에서의 접합 강도를 초음파현미경의 V(z) 곡선법을 이용하여 계면에서 진파하는 표면파의 속도를 측정하여 접합 강도를 평가하였다. 또한 초음파현미경을 이용한 박막 계면에서의 접합 강도 평가의 유용성을 검증하기 위하여 기존에 박막의 접합 강도를 측정하기 위하여 주로 사용이 되는 나노 스크래치 시험을 통하여 임계 하중을 측정하여 비교 검증하였으며 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) SPR 3012 폴리머 박막시험편의 경우 광학현미경을 이용하여 표면의 패턴 생성의 결과를 이용하여 접합 강도를 예측하였다. SPR 3012 시험편에서 O<sub>2</sub> 플라즈마 전처리를 한 경우 어느 정도의 패턴이 형성되었음을 확인할 수 있었으며 HMDS를 코팅한 경우 원하는 모든 패턴이 형성됨을 확인함으로써 접합 강도가 증가함을 확인하였으며, 접합 강도의 증가함

에 따라 표면파의 속도가 증가하는 경향을 나타내었다.

- 2) NFR 105G의 경우 모든 시험편에서 패턴이 생성되었음을 광학현미경을 통하여 확인하였다. NFR 105G의 경우는 광학현미경 이미지를 통해 접합 강도를 예측하는 것은 불가능하였다. 따라서 NFR 105G의 경우에는 표면과 속도와 나노 스크래치 시험을 통해 측정된 임계하중 값을 비교하였다. 나노 스크래치 시험을 통하여 얻어진 임계하중 값의 변화와 초음파현미경을 이용한 표면파의 속도 변화가 같은 경향성을 나타내었다.
- 3) 결론적으로 나노 스케일의 박막 계면의 접합 특성을 비파괴적으로 평가하기 위해 적용한 초음파현미경의 V(z) 곡선법은 나노 스케일 구조를 갖는 박막시험편의 접합 강도 평가에 적용 가능할 것으로 사료된다.

## 후 기

이 논문은 2012년도 정부(교육과학기술부)의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 연구임 (No. 2012-0004991, No. 2012-0006400).

## 참고문헌

- [1] D. S. Campbell, "Mechanical Properties of Thin Films," *Handbook of Thin Film Technology*, McGraw-Hill, Chap. 12 (1970)
- [2] J. Strong, "On the cleaning of surfaces," *Rev Sci Instr.*, Vol. 6, pp. 97-98 (1935)
- [3] Markus P. K. Turunen, Pekka Marjamaki, Matti Paajanen, Jouko Lahtinen and Jorma K Kivilahti, "Pull-off test in the assessment of adhesion at printed wiring board metallization/epoxy interface," *Microelectronics Reliability*, Vol. 44, pp. 993-1007 (2004)
- [4] O. S. Heavens, "Some factors influencing the adhesion of films produced by vacuum evaporation", *Journal of Phys. Radium*, Vol. 11, pp. 355 (1950)
- [5] B. Roge, A. Fahr, J. S. R. Giguere and K. I. Mcare, "Nondestructive measurement of porosity in thermal barrier coating," *Journal of*

- Thermal Spray Technology*, Vol. 12, No. 4, pp. 530-535 (2003)
- [6] E. R. Doering, G. J. Havrilla and T. C. Miller, "Disilicide diffusion coating inspection by micro X-ray fluorescence imaging," *Journal of Nondestructive Evaluation*, Vol. 23, No. 3, pp. 95-105 (2004)
- [7] J. Du, "Toward the Acoustic Evaluation of Low Modulus Thin Film Structures," Ph. D Thesis, The Pennsylvania State University, (2008)
- [8] D. P. Almond, R. L. Cox, M. Moghi and H. Reiter, "Acoustic properties of plasma sprayed coatings and their application to nondestructive evaluation," *Thin Solid Film*, Vol. 83, pp. 311-324 (1989)
- [9] C. Miyasaka, "Acoustic microscopy applied to nanostructured thin film systems," *Modern Aspects of Electrochemistry*, 44, pp. 409-450 (2009)
- [10] R. C. Bray, C. F. Quite, J. Calhoun, and R. Koch, "Film adhesion studies with the acoustic microscope," *Thin Solid Films*, Vol. 74, No. 2 pp. 295-302, (1980)
- [11] W. Parmon and H. L. Bertoni, "Ray interpretation of the material signature in the acoustic microscope," *Electronics Letters*, Vol. 15, No. 21, pp. 684-686 (1979)
- [12] H. L. Bertoni, "Ray-optical evaluation of  $V(z)$  in the reflection acoustic microscope," *IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics*, SU-31(2), pp. 105-116 (1984)
- [13] D. Jikai, B. R. Tittmann and H. S. Ju, "Evaluation of film adhesion to substrates by means of surface acoustic wave dispersion," *Thin Solid Films*, Vol. 518, pp. 5786-5795, (2010)
- [14] M. T. Laugier, "An energy approach to the adhesion of coatings using the scratch test," *Thin Solid Films*, Vol. 117, No. 4, pp. 243-249 (1984)
- [15] M. T. Laugier, "Adhesion of TiC and TiN coatings prepared by chemical vapour deposition on WC-Co-based cemented carbides," *J. Mat. Sci.*, Vol. 21, No. 7, pp. 2269-2272 (1986)
- [16] S. J. Bull, D. S. Rickerby, A. Matthews, A. Leyland, A. R. Pace and J. Valli, "The use of scratch adhesion testing for the determination of interfacial adhesion: The importance of frictional drag," *Surface and Coating Technology*, Vol. 36, Issue 2 pp. 503-517 (1988)
- [17] S. J. Bull and P. J. Rickerby, "New developments in the modelling of the hardness and scratch adhesion of thin films," *Surface and Coating Technology*, Vol. 42, Issue 2, pp. 149-164 (1990)
- [18] P. J. Bunett and D. S. Rickerby, "The scratch adhesion test: an elastic-plastic indentation analysis," *Thin Solid Films*, Vol. 157, Issue 2, pp. 233-244 (1988)
- [19] S. J. Bull and D. S. Rickerby, "New developments in the modelling of the hardness and scratch adhesion of thin films," *Surface and Coating Technology*, Vol. 42, Issue 2, pp. 149-164 (1990)
- [20] N. U. Choi, S. B. Park, S. S. Moon and J. H. Kim, "Surface and interface properties of polymers in semiconductor application," *Polymer Science and Technology*, Vol. 17, No. 2, pp. 182-190 (2006)