

코팅 두께에 따른 친수성 무기 필름의 특성 분석

정연호¹, 최원석^{2,a}, 신용탁³, 이민지³, 김희곤³

¹ 한밭대학교 전자제어공학과

² 한밭대학교 전기공학과

³ 웰처화인텍 기술연구소

Properties Characterization of the Hydrophilic Inorganic Film as Function of Coating Thickness

Yeunho Joung¹, Won Seok Choi^{2,a}, Yongtak Shin³, Minji Lee³, and Heekon Kim³

¹ Department of Electronic and Control Engineering, Hanbat National University, Daejeon 305-719, Korea

² Department of Electrical Engineering, Hanbat National University, Daejeon 305-719, Korea

³ Wellture Finetech, 608 Techbiz Center, Daejeon 305-500, Korea

(Received April 2, 2013; Revised April 30, 2013; Accepted May 7, 2013)

Abstract: In this paper, we present a novel hydrophilic coating material (Wellture Finetech, Korea) which can be utilized as a coating layer for anti-contamination for electrical and electronic system. The coating material was deposited on 4 inch silicon wafer with several different film thickness. The film thickness was controlled by spin coating speed. After curing of the film, we have scratched by permanent marker to check self-cleaning property of the film. Also we have executed several mechanical tests of the films. As the spin coating speed is increased, the film thickness was thinned from 230 nm to 125 nm. Contact angle of the film was lowered from 30° to 12° as the spin coating speed is increased from 700 to 2,500 rpm. On permanent marker scratched film surface coated at 1,000 rpm, we have poured regular city water to investigate self cleaning property of the film. The scratches were gradually separated from the film surface due to super-hydrophilicity of the film. Hardness of spin coated film was 9H measured by ASTM D3363 method. and adhesion of all film was 5B tested by ASTM D3359 method. Also, to get exact hardness value of the film, we have utilized a nano-indenter. As spin speed is increased, the hardness of film was increased from 3 GPa to 5 GPa.

Keywords: Hydrophilic, Inorganic film, Mechanical properties, Spin-coating, Contact angle, Hardness

1. 서 론

외부에 노출된 형태로 장착되거나 사용되는 전기전자 부품들의 경우 오염에 의한 내구성과 안정성에 문제가 발생한다. 오염 방지의 대표적인 방법인 자기세정 (self-cleaning) 효과는 친수성 (hydrophilic) 또는 소수성 (hydrophobic) 코팅을 통해 구현이 가능하다

a. Corresponding author; wschoi@hanbat.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.

[1,2]. 이러한 두 가지 코팅은 물과의 반응을 통해 자기세정이 가능하며, 친수성 코팅의 경우 이물질과 코팅 면 사이에 물이 흡수되어 이물질을 분리하고, 소수성 코팅의 경우 이물질이 물방울에 흡수되어 코팅 면에서 분리된다. 또한 일부 자기세정 코팅의 경우 빛에 조사되면 화학적으로 이물질을 제거하는 방식도 있다 [3,4]. 본 연구에서는 친수성 무기 코팅을 활용, 박막의 자기세정 효과를 살펴보고, 합성된 박막의 폭넓은 활용을 위해 강도 및 접착성과 같은 기계적 특성을 살펴보았다. 박막은 실리콘 기판 위에 스핀 코팅 방식으로 도포하였으며 박막의 두께 제어를 위해 스핀 코팅의 회전 속도를 달리하여 (700~2,500 rpm) 제작하였다. 제작된 박막의 크린성 (clean properties)을 테스트하였고, 접촉각 분석과 기계적 특성 분석을 수행하였다.

2. 실험 방법

시편의 제조에 사용된 용액은 친환경 기능성 코팅 용액인 FC-B106 (Fine-coat, Wellture-Finotech)을 사용하였다. 이 용액은 실리카 (SiO_2)가 기본 재료인 나노 실리콘 컴파운드이다. 박막의 합성을 위해 그림 1에 정리한 순서로 Si 웨이퍼 위에 코팅하였으며 두께 변화에 따른 특성 분석을 수행하기 위해 스핀 코팅의 회전 속도 (700, 1,000, 1,500, 2,000, 2,500 rpm)에 변화를 주었다.

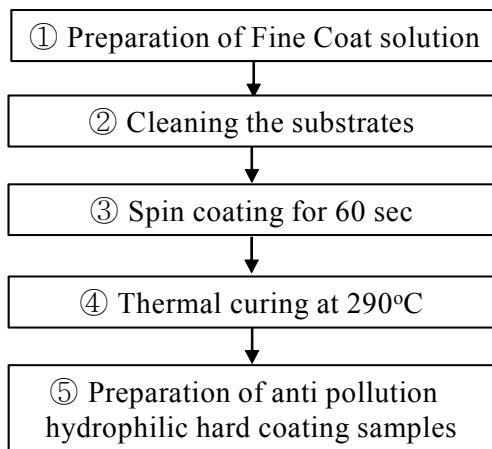


Fig. 1. Preparation procedure of SiO_2 based hydrophilic film on the silicon substrate by a spin coating method.

스핀 코팅 회전 속도에 따른 박막의 두께는 광 두께측정기 (Reflectometer; ST4000, K-MAC)을 사용하여 측정하였고, 접촉각 측정기 (Phoenix 300 Touch, S.E.O)를 사용하여 합성된 친수성 박막의 물방울 접촉각을 측정하였다. 박막의 크린성 테스트는 유성매직 (흑, 청, 적색, 모나미)을 사용하여 코팅막 위에 각 색상별로 직경 1 cm의 원을 마크하고, 한 시간 뒤 물을 뿌려 마크가 잘 지워지는지 관찰하였다. 합성된 박막의 접착력 (adhesion) 측정은 ASTM D 3359 방식에 근거하여 측정하였으며, 경도 (hardness)는 ASTM D 3363 방식과 Nano-indenter (XP, MTS system Co.)를 사용하여 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

그림 2는 Si 웨이퍼에 스핀 코팅방식으로 합성된 친수성 박막의 표면 사진이다. 두께의 변화를 주기 위하여 스핀 코팅 회전 속도를 700, 1,000, 1,500, 2,000, 2,500 rpm으로 변화를 주었으며 회전 속도가 빨라질수록 친수성 박막의 두께가 변하여 푸른 빛을 띠는 것을 확인할 수 있다.

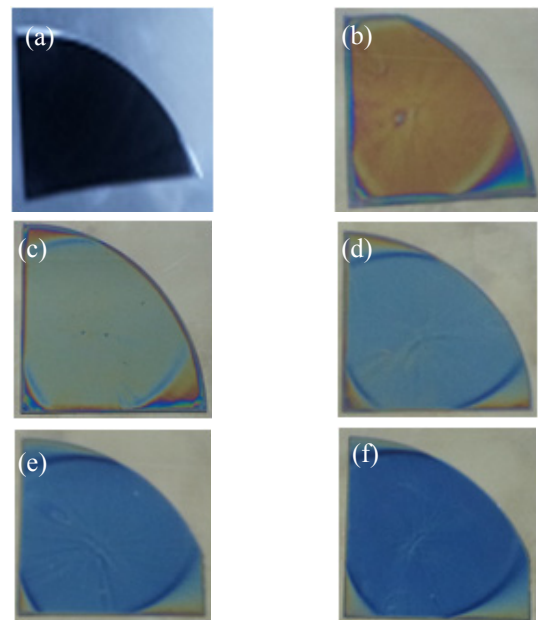


Fig. 2. Surface color change of SiO_2 based hydrophilic film coated on Si substrate as a function of spin coating speeds. (a) bare Si substrate, (b) 700 rpm, (c) 1,000 rpm, (d) 1,500 rpm, (e) 2,000 rpm, (f) 2,500 rpm.

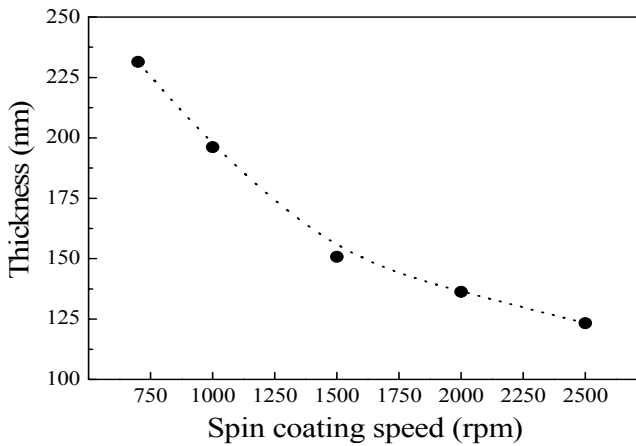


Fig. 3. Thickness of hydrophilic film as function of spin coating speeds.

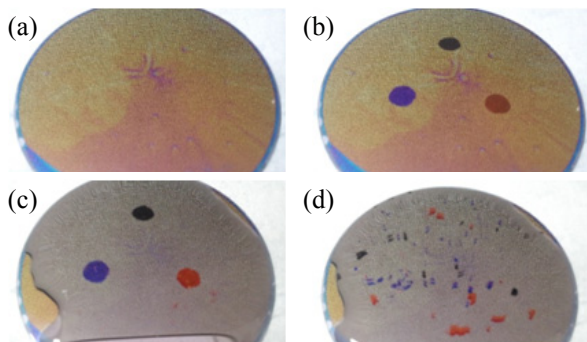


Fig. 4. Cleaning test of hydrophilic film using permanent marker. (a) hydrophilic film coated on 4 inch Si wafer, (b) after permanent marker scratch, (c) water dropping, (d) marker separation from Si wafer surface.

스핀 코팅 회전 속도에 따른 친수성 박막의 두께는 광 두께 측정기를 통해 측정하였으며 그림 3에 정리하였다. 측정 결과 예상했던 대로 스핀 코팅 회전 속도가 증가함에 따라 친수성 박막의 두께가 얇아졌으며 125~230 nm의 두께 분포를 확인하였다.

그림 4는 본 실험에 사용된 친수성 무기 코팅 물질의 고유 특성을 잘 보여주는 크린성 테스트 사진이다. 테스트를 위해 4인치 Si 웨이퍼에 친수성 도료를 1,000 rpm의 속도로 스핀 코팅하였다. 그림 4의 (a)에 코팅된 Si 웨이퍼 사진을 정리하였다. 친수성 코팅 면에 흑, 청, 적색 유성매직을 마크하고 (그림 4의 (b)), 한 시간 뒤에 물을 뿌린 뒤 (그림 4의 (c)) 마크의 변화를 관찰하였다.

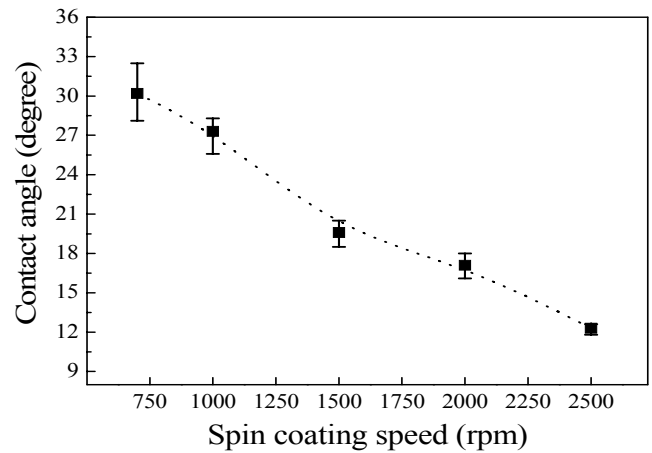


Fig. 5. Contact angles of hydrophilic film as function of coating speeds.

그림 4의 (d)에 나타난 것처럼 유성매직이 실리콘 웨이퍼의 표면으로부터 분리되는 것을 확인할 수 있다. 이는 수분이 친수성 코팅과 유성매직 사이의 공간으로 침투하며 매직을 코팅기판으로부터 분리하기 때문에 발생하는 현상이다. 본 실험에 사용한 용액 내 SiO₂ 나노 컴파운드의 SiO₂ 관능기 부분이 OH 그룹으로 구성되어 있고, 이 형태가 실라놀 (Si-OH)이다. 이 부분의 극성이 친수성 특성을 나타내며 코팅막 표면에 무수히 많은 Si-OH가 구성되어 있으므로 코팅막 표면이 친수성을 나타내게 되는 것으로 판단된다. 이러한 기능을 바탕으로 본 친수성 박막은 기판의 크린성을 유지할 수 있다.

스핀 코팅 속도에 따라 합성된 친수성 박막의 접촉각 변화를 그림 5에 정리하였다. 스핀 코팅 속도가 증가함에 따라 친수성 박막의 접촉각이 급격하게 감소하였다. 이는 두께 측정을 통해 스핀 코팅 속도가 증가하면 친수성 박막의 두께가 감소하는 경향과 유사성을 갖는다. 따라서 이러한 접촉각의 감소는 필름의 두께가 얇아지면서 변형된 표면 smoothness가 증가하게 되고, 이에 따른 표면에너지의 변화가 발생한 결과라고 볼 수 있으며 2,500 rpm의 경우 초친수 박막의 접촉각 특성을 나타낸다.

ASTM testing 방식으로 측정된 친수성 박막의 정도와 접착력을 표 1에 정리하였다. 측정 결과 모든 회전 속도에서 동일하게 최상의 정도와 접착력을 가짐을 확인할 수 있었다. ASTM 측정 방식이 많이 사용되는 분석법이지만, 본 연구에서 측정 결과 정도와 접착력이 최댓값을 나타내어 정확한 값을 구할 수

Table 1. Hardness and adhesion of hydrophilic films tested by ASTM D3359 and D3363, respectively.

Spin coating speed (RPM)	Hardness (ASTM D3363)	Adhesion (ASTM D3359)
700	9H	5B
1,000	9H	5B
1,500	9H	5B
2,000	9H	5B
2,500	9H	5B

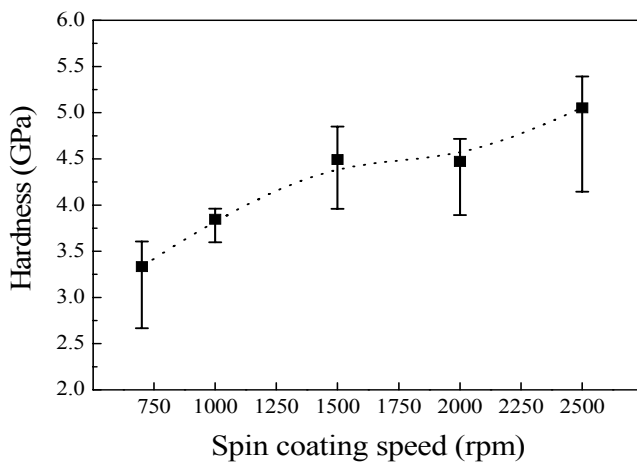


Fig. 6. Nanoindented hardness values of the hydrophilic film as function of spin coating speeds.

없었기에 nano-indenter를 사용한 경도 분석을 추가적으로 수행하였다. 측정된 결과를 그림 6에 정리하였다. 스핀 코팅 속도가 증가함에 따라, 즉 박막 두께가 얇아짐에 따라 친수성 박막의 경도가 약 3 GPa에서 5 GPa로 향상하는 것을 확인할 수 있다.

본 실험에서는 스핀 코팅 이후의 열처리 공정을 통해 박막을 소성한다.

따라서 이러한 결과는 이전 분석에서 살펴보았듯 스핀 코팅 속도가 증가함에 따라 박막이 얇게 코팅되고,

소성이 잘 이루어져 본 친수성 박막의 특성이 향상되어 접촉각 및 경도가 개선됨을 알 수 있다.

4. 결론

본 연구에서는 친수성 무기 코팅 물질을 Si 웨이퍼 기판위에 도포, curing한 후 박막의 자기세정 효과를 살펴보고, 스핀 코팅 회전 속도에 변화를 주어 친수성 무기 코팅의 두께를 조절, 이에 따른 박막의 기계적 물성 변화를 관찰하였다. 스핀 코팅 속도가 증가함에 따라 친수성 박막의 두께는 감소하며 푸른색을 띠었고, 박막의 접촉각은 감소하여 2,500 rpm으로 도포한 필름의 경우 12°의 초친수 특성을 나타내었다. ASTM testing 방식으로 측정된 모든 박막의 경도와 접착력은 최상의 값인 9H와 5B의 값을 가졌고 nano-indenter 분석을 통해 스핀 코팅 속도가 증가하게 되면, 즉 박막의 두께가 얇아질수록 경도가 증가하는 것을 확인할 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 중소기업청에서 지원하는 2011년도 산학연협력 기업부설연구소 지원 사업 (No.00045751)의 연구수행으로 인한 결과물임을 밝힙니다.

REFERENCES

- [1] H. S. Lim, D. Kwak, D. Y. Lee, S. G. Lee, and K. Cho, *J. Am. Chem. Soc.*, **129**, 4128 (2007).
- [2] I. P. Parkin and R. G. Palgrave, *J. Mater. Chem.*, **15**, 1689 (2005).
- [3] W. Choi, *J. Korean Ind. Eng. Chem.*, **14**, 1011 (2003).
- [4] W. J. Jeong, J. Y. Park, and G. C. Park, *J. KIEEME*, **18**, 226 (2005).