

Acousto-Optic 기법을 이용한 Pt/Ti 박막 계면의 접합특성 평가

Evaluating Interfacial Adhesion Properties of Pt/Ti Thin-Film by Using Acousto-Optic Technique

박해성*, David Didie**, Sanichiro Yoshida**, 박익근***†

Hae-Sung Park*, David Didie**, Sanichiro Yoshida** and Ik-Keun Park***†

초 록 본 연구에서는 Pt/Ti 박막과 기판 사이 계면의 접합특성을 비파괴적으로 평가하는 acousto-optic 기법을 제안한다. 현재 상용화된 기술만으로 마이크로/나노 스케일의 박막을 평가하는데 많은 어려움이 있기 때문에 미세구조 변화에 민감한 광학기술과 음향기술이 결합된 간섭계를 적용하여 연구를 수행하였다. 사용한 기법은 마이켈슨 간섭계를 기반으로 하며, 거울에 의한 광 경로차 대신 박막시험편 계면의 진동 영향에 따라 발생하는 간섭현상을 분석하였다. 박막시험편은 특정 주파수에서 공진과 유사한 현상을 보이고 이로 인해 프린지 패턴의 콘트라스트가 낮아지므로, 각 주파수 대역별 프린지 패턴 변화를 스펙트럼 결과로 정량화하여 제안된 기법을 이용한 박막의 접합특성 평가 가능성을 확인하였다.

주요용어: Acousto-Optic 기법, 마이켈슨 간섭계, 박막, 접합특성, 비파괴평가

Abstract We propose an acousto-optic technique for the nondestructive evaluation of adhesion properties of a Pt/Ti thin-film interface. Since there are some problems encountered when using prevailing techniques to nondestructively evaluate the interfacial properties of micro/nano-scale thin-films, we applied an interferometer that combined the acoustic and optical methods. This technique is based on the Michelson interferometer but the resultant surface of the thin film specimen makes interference instead of the mirror when the interface is excited from the acoustic transducer at the driving frequency. The thin film shows resonance-like behavior at a certain frequency range, resulting in a low-contrast fringe pattern. Therefore, we represented quantitatively the change in fringe pattern as a frequency spectrum and discovered the possibility that the interfacial adhesion properties of a thin film can be evaluated using the newly proposed technique.

Keywords: Acousto-Optic Technique, Michelson Interferometer, Thin Film, Adhesion Properties, Nondestructive Evaluation

1. 서 론

박막이란 진공증착, 패터닝(patterning), 스퍼터링(sputtering) 공정 등을 이용하여 기계 가공으로 는 실현 불가능한 수 μm 이하 두께의 매우 얇은 피막을 절연된 기판 위에 형성한 재료를 뜻한다. 실리콘 웨이퍼(Si wafer), 갈륨 나이트라이드(GaN) 등의 기판 위에 증착되는 금속재료 및 전

도성 폴리머와 같은 박막은 관련 시장을 주도하고 있으며, 투명전극 소재인 ITO, IZO 또한 점유율이 상당히 높다. 이처럼 박막은 전자산업을 넘어 항공우주, 태양전지, 생명공학, 의료 등 다양한 분야에 적용되고 있다[1-3].

하지만 박막 계면은 형성과정 중 발생하는 잔류응력과 불순물에 취약하고, 이후 사용과정에서 진동과 같은 반복하중이 작용하는 환경에 노출되

[Received: January 18, 2016, Revised: February 24, 2016, Accepted: March 18, 2016] *서울과학기술대학교 대학원 기계공학과, **Southeastern Louisiana University Department of Chemistry and Physics, ***서울과학기술대학교 기계·자동차공학과, †Corresponding Author: Department of Mechanical and Automotive Engineering, Seoul National University of Science and Technology, Seoul 01811, Korea (E-mail: ikpark@seoultech.ac.kr)

어 심한 경우 파괴에 이르게 된다. 따라서 박막 계면의 접합특성 평가는 각종 장치의 신뢰성을 확보하는데 매우 중요한 연구라고 할 수 있으며 [4,5], 현재까지 박막 계면의 접합특성을 평가하기 위한 많은 연구가 시도되고 있다.

먼저 박막에 가하는 일정한 압력과 변위 관계를 이용하여 기계적 물성을 측정하는 벌지 실험(bulge test)과, 다이아몬드 팁을 수직방향으로 압입시킨 뒤 시험편 표면을 한 쪽 방향으로 긁어내어 하중에 따른 마찰력 및 penetration depth 등으로 계면의 밀착력을 측정하는 스크래치 시험법(scratch test)이 있다. 하지만 위의 기법들은 발생하는 변위의 관계를 계산하고 정량화하기 위해 시험편에 하중을 가하여 파괴해야만 했다[6,7].

또한 나노압입시험법(nano-indentation)은 수 mN 크기의 하중에 따른 압흔 면적을 계산하여 경도, 탄성계수, 접합특성 등의 평가에 적용되고 있다.

하지만 이러한 방법들은 파괴검사에 기초한 기법으로서 전수검사가 불가능하고 시험 후에는 박막이 원래의 기능을 상실하게 된다.

따라서 재료를 파괴하지 않고 검사할 수 있는 비파괴적인 검사법이 필수적이라고 할 수 있다. 대표적인 예로 초음파를 이용한 방법이 있다. 초음파의 전파 특성을 이용한 초음파현미경은 표면을 따라 진행하는 표면파 속도를 측정함으로써 기판-박막 계면에서의 접합특성을 평가할 수 있으며, UAFM의 경우 캔틸레버의 접촉 공진주파수를 이용하여 평가할 수 있다[8]. 이처럼 초음파를 이용한 방법은 이미 신뢰성을 입증하였으나 더 나은 성능을 위해 박막 두께가 점점 얇아지는 만큼 초 고주파수 대역이 아닌 경우 높은 분해능을 기대할 수 없으며 시간 소모가 상당하다는 문제가 발생되어 왔다[9].

즉 마이크로/나노 수준 박막을 검사하는 과정에서 여러 가지 문제가 발생하고 있으며 이를 해결하기 위해 더욱 효율적이고 신뢰성 높은 비파괴 기법에 대한 연구가 국내외에서 진행 중이다.

본 논문에서는 초음파와 같은 음향기술과 광학기술이 결합된 acousto-optic 기법을 이용하여 Pt/Ti 박막 계면의 접합특성을 평가할 수 있는 방법을 제안하고자 한다. 기본적으로 음파는 시험체 내부를 투과하여 탄성 한도 내의 변위 발생에 용이하고, 그로 인한 재료의 미세변위는 빛을 이용하여 검출 가능하다. 따라서 접합계면을 가진

시킬 때 발생하는 조화응답을 간섭무늬 변화로 확인하였고 정량화한 결과를 토대로 박막의 접합특성을 평가하였다.

2. 이론

2.1. 마이켈슨 간섭계

본 기술의 구성은 마이켈슨 간섭계(Michelson interferometer)를 기반으로 한다. 마이켈슨 간섭계는 A. Michelson이 고안한 2광선속 간섭계의 하나로 빛 파장의 정확한 측정 및 알고 있는 파장을 사용하여 미소거리나 두께뿐만 아니라 굴절률 측정이 가능하다. Fig. 1은 마이켈슨 간섭계의 기본 구성을 도시하는 개략도이다.

광원에서 발생한 빔(beam)은 광학계 중앙에 설치된 광 분리기(beam splitter)에서 경로(1)과 (2)로 분리되며 각각 50%의 비율을 유지한다. 분리된 빔은 각각 광 경로(beam path) 끝에 배치된 거울 M1, 거울 M2에서 반사되어 광 분리기(beam splitter)로 되돌아오며 재결합한 빔은 서로 다른 광 경로 차이로 인해 간섭을 일으킨다. 이 때 한 쪽 거울을 미세하게 기울이면 스크린에는 밝고 어두운 부분이 수평방향으로 반복하는 간섭무늬가 형성되는데, 이를 프린지 패턴(fringe pattern)이라 한다[10]. 프린지 패턴은 빛의 강도(intensity) 분포에 의존적이며 재결합한 경로에서 위상변화가 심할수록 패턴의 콘트라스트(contrast)가 낮아지는 특성을 나타낸다.

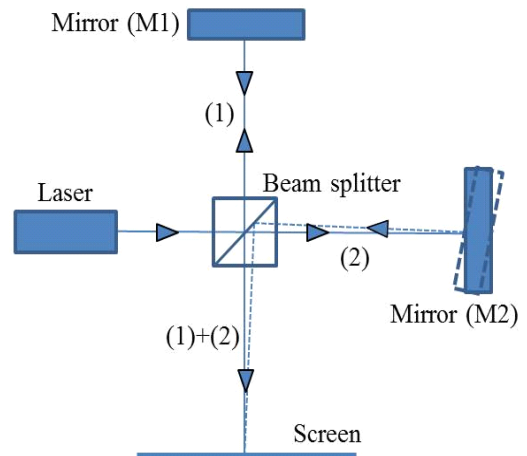


Fig. 1 Schematic figure of Michelson interferometer

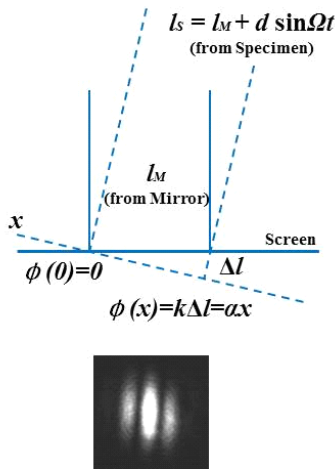


Fig. 2 Close-up view of the two beams

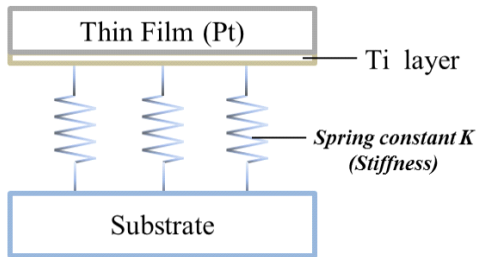


Fig. 3 Physical model of thin-film specimen

2.2. 실험 원리

본 연구는 마이켈슨 간섭계에서 거울 M2 대신 평가하고자 하는 박막시험편을 대체하여 실험한다. 마찬가지로 거울 M1 및 시험편으로부터 반사되는 두 개의 광 경로는 광 분리기에서 다시 모이고, 시험편에 의한 경로를 미세하게 기울여 줄무늬 형상의 프린지 패턴을 형성하였다. 상대적인 광 경로차로 인하여 프린지 패턴이 형성되는 과정을 Fig. 2에 나타내었으며 이때 ϕ 는 광 위상, l_M 은 거울에서 반사된 광 경로 길이, l_S 는 시험편으로부터 반사된 길이, d 는 박막시험편 표면의 진동 진폭, Ω 는 실험 주파수, k 는 파수를 뜻한다[11].

또한 광 분리기 이후 스크린에 형성된 프린지 패턴에 대한 강도 변화는 식(1)처럼 표현된다 [12].

$$I(t) = 2I_0 + 2I_0 \cos[k(l_S - l_M) + kd \sin \Omega t] \quad (1)$$

관측 시야 단면상에서 두 빔 사이 경로차가 선형적으로 변화하면 강도 분포는 사인(sine) 곡선 형태로 나타나며 외부 진동이 없는 평형 상태의 박막시험편을 이용한 프린지 패턴은 그림에 나타난 것과 같이 콘트라스트가 높은 상태를 유지한다.

반면 박막 표면이 진폭 d 로 진동하면 위상 변화가 지속적으로 발생하여 콘트라스트가 급격히 감소하는 현상이 일어난다. 실험주파수 대역에서 박막과 기판을 강체(rigid body)로 가정하고 접합 계면은 무수히 많은 스프링 결합으로 고려하므로, 콘트라스트의 감소는 박막 계면에서 발생하는 조화응답의 영향이라고 할 수 있다. 이를 정량적으로 주파수 영역에서 분석하면 계면의 접합특성을 평가할 수 있으며 Fig. 3에 시험편을 질량-스프링 기계시스템으로 모델링하여 나타내었다.

3. 실험 장치 및 방법

3.1. 시험편

본 연구에서 사용한 시험편은 [100] 면으로 잘린 실리콘 웨이퍼 기판 위에 스퍼터링 공정을 이용하여 Pt (platinum)와 Ti (titanium)를 각각 100 nm, 10 nm 두께로 증착하였다.

Pt 레이어(layer)와 기판 사이의 Ti 레이어는 다른 금속에 비해 Si 계열 재료와 접합특성이 우수하므로 본딩 레이어(bonding layer)로 종종 사용되고 있으며, 내마모성이 강하고 전도성이 낮은 기계적 특성을 갖고 있다.

또한 박막 계면의 접합특성 비교·분석을 위해 기판 표면처리를 달리한 두 종류의 시험편을 사용하였다. 첫 번째는 박막재료를 증착하기 이전 단계에서 기판 표면에 산소-플라즈마 전 처리를 하였으며(treated Pt/Ti) 다른 하나는 이 과정을 거치지 않은 시험편(untreated Pt/Ti)을 사용하였다.

3.2. 실험 방법

Pt/Ti 박막 계면의 접합특성을 평가하기 위하여 Fig. 4와 같이 간섭계를 구성하였다. 632.8 nm 파장의 He-Ne laser를 광원으로 사용하였으며 Fig. 1의 마이켈슨 간섭계 내부 광 경로 끝에 위치하는 거울 M1, M2는 각각 treated Pt/Ti, untreated Pt/Ti 시험편이 부착된 트랜스듀서로 대체하였다.

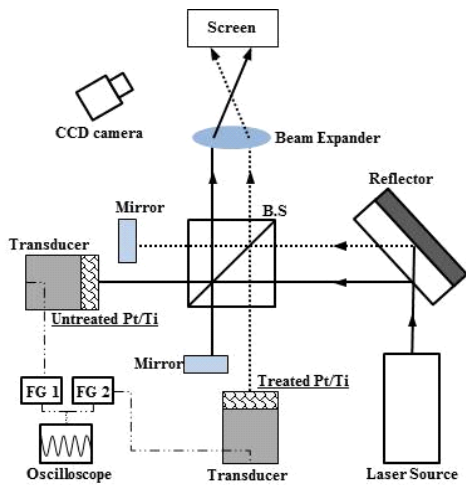
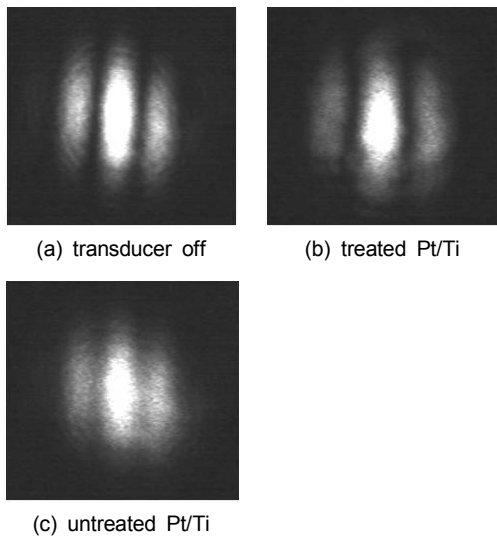


Fig. 4 Experimental arrangement of acousto-optic technique



(a) transducer off
(b) treated Pt/Ti
(c) untreated Pt/Ti

Fig. 5 Contrast change of fringe patterns

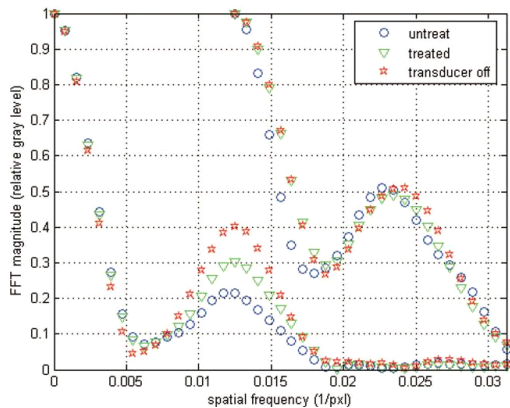


Fig. 6 Fourier spectra of fringe patterns

두 시험편은 이후 추가 설치되는 2개의 거울과 함께 서로 독립적인 간섭계를 형성하게 된다.

트랜스듀서는 함수발생기(FG-8002C, Goldstar)로부터 전기적 신호를 입력받아 기판 후면에서 접합계면으로 음파를 전달하며 오실로스코프(TDS 210, Tektronix)를 통해 출력 신호를 확인하였다. 함수발생기는 주파수와 선형적으로 비례하는 전압을 공급하며 설정 값은 해당 주파수 대역에서 음파의 진폭을 결정한다.

하지만 실험에서 광원으로 사용하는 레이저는 순간적인 강도 변화 등의 현상으로 인해 상태가 불규칙적이므로, 단일 광 경로를 보유한 간섭계를 사용할 경우 증착조건이 다른 박막시험편 비교검사 시 실험결과는 신뢰도를 잃게 된다. 따라서 본 연구에서는 나란한 한 쌍의 빔을 생성하는 reflector를 제작·설치하여 dual-beam setup을 구축하였다. Reflector의 전면 half coating 렌즈로 입사한 광원은 50±5% 비율로 1차 반사되고, 투과된 나머지는 후면 Al mirror coating 렌즈에서 2차 반사되어 평행한 광 경로를 진행하게 된다. 그 결과 시스템 내부에 서로 독립적인 두 개의 간섭계가 형성되므로 레이저 상태 등의 실험환경에 대한 문제를 해결할 수 있다. 두 시험편에 대한 프린지 패턴은 각 주파수 구간마다 CCD 카메라로 실시간 촬영하고 비트맵 이미지(640x480) 형식으로 저장하였다. 이후 저장된 이미지는 MATLAB 스크립트를 통해 FFT 처리하고[13,14] 실험주파수를 스위프(sweep)한 스펙트럼 분석 결과를 통해 박막시험편의 접합특성 평가를 수행하였다.

4. 결과 및 고찰

Fig. 5는 각 조건별 프린지 패턴을 CCD 카메라로 실시간 촬영한 이미지이며, (a) transducer off, (b) treated Pt/Ti, (c) untreated Pt/Ti 순서로 나열하였다. (a)는 transducer off 상태이므로 박막 계면에 진동이 작용하지 않기 때문에 높은 콘트라스트를 보이는 반면, 13 kHz에서 계면을 가진 시킨 (b)와 (c)는 상대적으로 콘트라스트가 낮게 나타났다.

결론적으로 실험주파수를 거치는 동안 박막 계면 접합특성에 따라 콘트라스트 차이가 발생함을 알 수 있으며 정량적인 측정을 위해 실시한 푸리에 스펙트럼 분석결과를 Fig. 6에 나타냈다.

Fig. 6에서 왼쪽 그룹은 박막시험편에 대한 결과이며, 오른쪽 그룹은 접합 계면이 존재하지 않는 bare Si (silicon wafer)에 대한 결과이다. 왼쪽 그룹의 경우, 0.0125 (1/pxl)에서 transducer off, treated, untreated 순서로 스펙트럼 peak가 감소하는 반면, 오른쪽 그룹은 모든 경우에 대해 peak 값이 일정하게 나타남을 알 수 있다[15]. 이것은 접합 계면의 상태가 프린지 패턴의 콘트라스트 변화로 나타난 것임을 의미하고, 따라서 평형상태의 박막에 대한 프린지 패턴 이미지와 외부 진동이 작용할 때 획득한 이미지를 서로 비교하면 해당 실험주파수 대역에서 박막시험편의 접합특성을 평가할 수 있다. 전체 실험 구간에 대한 프린지 패턴 이미지를 영상처리 하여 주파수 스펙트럼으로 나타낸 결과를 Fig. 7에 제시하였다.

Treated Pt/Ti 시험편과 untreated Pt/Ti 시험편을 dual-beam setup에서 동시 실험한 결과로서, peak ratio를 확인하기 위해 각 데이터의 최대값을 기준으로 정규화 하였다. 스펙트럼 peak 값은 프린지 패턴의 콘트라스트와 상응하며 전체적인 경향은 기관 표면 전처리 공정을 거친 treated Pt/Ti 시험편이 상대적으로 안정적인 모습을 보였다. 특히 13 kHz 주변에서 현저한 차이가 발생하였고 이를 근거로 treated Pt/Ti 박막의 접합특성이 더 우수함을 확인하였다.

또한 6 kHz의 최저값은 공진에 의한 영향으로 판단하였으며 두 시험편에 대해 공통적으로 발생하는 것으로 보아 계면 특성이 아닌 광학시스템에 의한 현상으로 판단하였다. 이에 대한 주장을 뒷받침하기 위해 bare Si (Silicon wafer)에 대한 실험을 진행하였고 그 결과는 Fig. 8과 같다.

실험주파수 대역에서 기관과 박막은 강체로 가정하므로 bare si은 진동의 영향을 받지 않을 것으로 기대하였으나 마찬가지로 6 kHz에서 같은 현상이 발생하였다. 따라서 모든 시험편에 대해 일어나는 6 kHz의 공진현상은 박막 계면의 접합 특성이 아닌 실험 구성에 의한 광학 공명(optical resonance)으로 볼 수 있다.

마지막으로 Fig. 9는 Pt/Ti 박막시험편에 대한 공진주파수를 이론적으로 계산한 결과를 나타낸다. 박막과 기관 사이 계면을 스프링 결합으로 가정한 Fig. 3 모델을 사용하였으며 실험주파수 1-50 kHz 구간에서 Sine 파형의 외력이 가해질 때 강성(k)을 1~1000 N/m로 가정하여 공진주파수

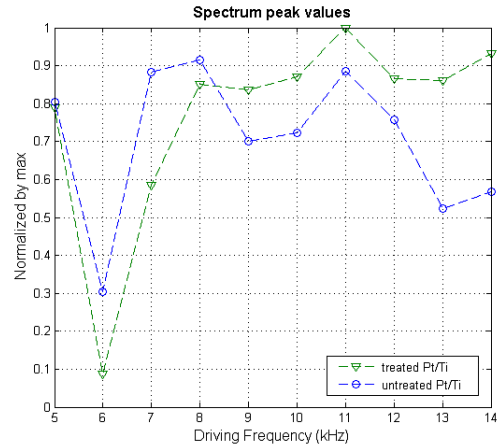


Fig. 7 Peak ratio as a function of driving frequency for treated & untreated Pt/Ti

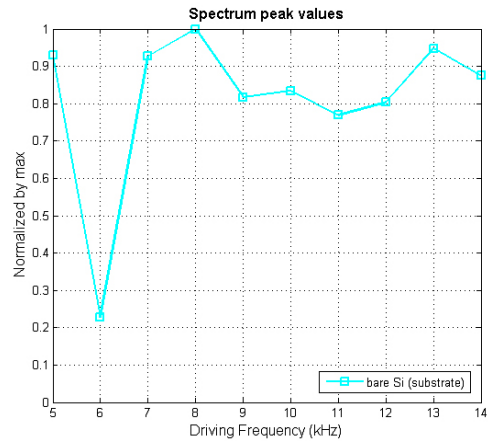


Fig. 8 Peak ratio as a function of driving frequency for bare Si (Silicon wafer)

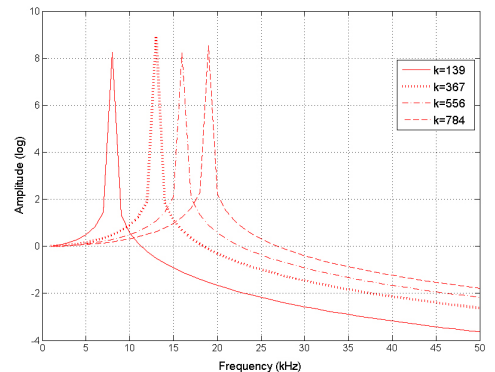


Fig. 9 Resonance frequency graph

로 판단되는 결과값을 제시하였다. $k = 367 \text{ N/m}$ 일 때 시험편이 13 kHz의 natural frequency를 나타냈고 acousto-optic 기법을 통한 실험 결과와 일치함을 알 수 있었다.

접합계면에 대한 이해와 정교한 모델링 기법은 추후 연구를 통해 더욱 보완하고자 한다.

5. 결 론

본 논문에서는 Pt/Ti 박막 계면의 접합특성을 비파괴적으로 평가하기 위해 acousto-optic 기법을 적용하였다. 실리콘 웨이퍼 기판 위에 Pt와 Ti를 각각 100 nm, 10 nm 두께로 증착한 박막시험편 계면을 트랜스듀서로 가진시켰고, 접합특성에 따라 프린지 패턴의 콘트라스트가 변하는 것을 확인하였다. 실험주파수 대역마다 실시간 촬영한 프린지 패턴 이미지를 영상처리하여 주파수 스펙트럼으로 분석하였고 기판 표면에 전처리를 거친 treated Pt/Ti 박막의 접합특성이 더욱 우수함을 확인하였다. 또한 Pt/Ti 박막 실험결과에서 공통적으로 일어난 6 kHz 대역 공진현상의 원인 분석을 위해 bare Si를 이용한 추가 실험을 수행하였으며, 결과를 통해 시험편의 특성이 아닌 실험 구성에서 발생한 광학 공명(optical resonance)으로 판단하였다.

본 연구는 예비 실험 결과임에도 신뢰할만한 결과를 제시하였고 이를 통해 나노스케일 박막 평가 기법 개발에 대한 가능성을 확인하였다.

후 기

이 논문은 2013년도 정부(미래창조과학부)의 지원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 연구(NRF-2013M2A2A9043274, NRF-2013R1A2A2A05005713)입니다.

References

- [1] W. N. Sharpe Jr, B. Yuan and R. L. Edwards, "A new technique for measuring the mechanical properties of thin films," *Journal of Microelectromechanical Systems*, Vol. 6, No. 3, pp. 193-199 (1997)
- [2] C. A. Neugebauer, J. D. Newkirk and D. A. Vermilyea (Eds.) "Structure and Properties of Thin Films," Wiley, New York (1959)
- [3] Y. Kim, "Elastic modulus measurement of thin film using a dynamic method," *Journal of Electronic Materials*, Vol. 26, No. 9, pp. 1002-1008 (1997)
- [4] S. Yoshida, D. Didie, D. Didie, S. Adhikari and I. K. Park, "Opto-acoustic technique to investigate interface of thin-film systems," *Advancement of Optical Methods in Experimental Mechanics*, Vol. 3, pp. 117-125 (2015)
- [5] R. Buzio and U. Valbusa, "Interfacial stiffness and adhesion of randomly rough contacts probed by elastomer colloidal AFM probes," *Journal of Physics: Condensed Matter*, Vol. 20, No. 35, 354014 (2008)
- [6] B. B. Jung, H. K. Lee, K. H. Hwang and H. C. Park, "Observation of size effect and measurement of mechanical properties of Ti thin film by bulge test," *Transaction of the Korean Society of Mechanical Engineers B*, Vol. 37, No. 1, pp. 19-25 (2013)
- [7] M. El-Shabasy, "Adhesion measurements of thin metallic films: comparison of the direct pull-off and the scratch methods," *Periodica Polytechnica Electrical Engineering*, Vol. 25, No. 4, pp. 283-290 (1981)
- [8] D. R. Kwak, S. B. Cho and I. K. Park, "Evaluation of elastic properties for nanoscale coating layers using ultrasonic atomic force microscopy," *Journal of the Korean Society of Manufacturing Technology Engineers*, Vol. 24, No. 5, pp. 475-480 (2015)
- [9] I. K. Park, S. Yoshida, D. Didie, H. Park, D. Didie and S. Ghimire, "Simultaneous application of acoustic and optical techniques to nondestructive evaluation," *Advancement of Optical Methods in Experimental Mechanics*, Vol. 3, pp. 135-142 (2015)
- [10] E. Hecht, "Optics," 4th Ed., Addison-Wesley, pp. 407-411 (2002)
- [11] S. Adhikari, "Evaluation of thin-films adhesion coating with michelson interferometer," B.Sc. Thesis, Southeastern Louisiana University (2014)

- [12] P. F. Flowers, S. Yoshida, K. Gomi, S. Adhikari, K. Dreux, M. Basnet, C. Miyasaka, B. R. Tittmann and I. K. Park, "Evaluation of thin film coating adhesion with an opto-acoustic technique," IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), pp. 1103-1106 (2011)
- [13] R. Bracewell, "The Fourier Transform and Its Applications," McGraw-Hill, New York, pp. 1-7 (1965)
- [14] R. J. Higgins, "Fast Fourier transform: An introduction with some minicomputer experiments," *American Journal of Physics*, Vol. 44, No. 8, pp. 766-773 (1976)
- [15] H. S. Park, D. Didie, D. Didie, S. Yoshida, I. K. Park, S. B. Cho and T. Sasaki, "Nondestructive characterization of thin film system with dual-beam interferometer," *In Residual Stress, Thermomechanics & Infrared Imaging, Hybrid Techniques and Inverse*, Vol. 9, pp. 129-137 (2016)