



저작자표시-비영리-변경금지 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.



변경금지. 귀하는 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공할 수 없습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

공학석사 학위논문

# 나노압입시험을 이용한 연질 박막에서의 점착력 평가

Evaluating Adhesion of Soft Thin Films  
on Hard substrate using Indentation Test

2017년 2월

서울대학교 대학원

재료공학부

서 주 연

# 나노압입시험을 이용한 연질 박막에서의 점착력 평가

Evaluating Adhesion of Soft thin films  
on Hard substrate using Indentation Test

지도교수 권 동 일

이 논문을 공학석사 학위논문으로 제출함

2017년 2월

서울대학교 대학원

재료공학부

서 주 연

서주연의 공학석사 학위논문을 인준함

2016년 12월

위 원 장 \_\_\_\_\_ (인)

부 위 원 장 \_\_\_\_\_ (인)

위 원 \_\_\_\_\_ (인)

## 초 록

계면은 이중소재간의 접합 등으로 나타나며, 박막과 모재에 비해 상대적으로 기계적 특성이 취약한 부분이다. 그 중 증착으로 인해 발생하는 박막의 점착력은 박막시스템의 신뢰성을 평가하기 위한 주요 요소 중 하나이다. 그 동안 박막의 점착력을 평가하고자 한 시험법들은 대개 파괴적인 방식을 이용하였다. 그래서 비파괴적인 시험법인 압입시험으로 점착력을 평가하는 기존 모델을 소개하고 이를 기초로 더 발전시킬 방법을 연구하였다.

기존 모델에서는 계면의 점착력으로 인해 상대적으로 연질의 재료의 소성변형역이 구속된다고 보았다. 그래서 박막과 기판의 소성변형역을 각기 구하고, 박막, 기판, 복합물의 경도로 계면인자를 구하였다. 이후 계면인자와 상대적 연질 재료의 경도와의 관계로 점착력을 구할 수 있다.

이렇게 하여 기존 모델에서는 같은 재료로 공정 과정을 다르게 하여 그 점착력을 비교할 수 있었다. 그러나 기판의 소성변형역을 구할 때 박막과의 관계를 고려하지 않았기 때문에 다른 재료끼리 점착력을 비교할 때에는 기존 모델을 사용할 수 없다. 그렇기 때문에 실제 복합물의 압입과정에서 박막 내부에 수압 부분이 생긴다는 연구를 바탕으로 하여, 간접적으로 기판의 소성변형역을 구할 수 있었다.

경질의 기판 위에 서로 다른 연질 박막, 서로 다른 경질 기판 위에 연질 박막을 제작하여 스크래치 테스트와 비교하였다. 그 결과 서로 다른 경질 기판 위에 연질 박막의 점착력을 정성적으로 비교하는 것에 새로 제시한 모델을 쓰는 것이 적합함을 확인할 수 있었다. 같은 재료, 다른 공정을 이용할 때에만 기존 모델로 비교할 수 있었다는 한계에서 벗어나, 연질의 박막을 증착한다면 서로 다른 재

료에서도 점착력 비교가 가능하게 되었다는 점에서 모델의 의의를  
찾는다.

주 요 어 : 점착력, 연질 박막, 소성변형역, 나노압입시험, 계면 구  
속, 계면인자

학 번 : 2015-20826

# 목 차

초 록 .....	i
목 차 .....	ii
표 및 그림 목차 .....	iv
1. 서론 .....	1
2. 이론적 배경 .....	3
2.1. 점착력 측정 방법들 .....	3
2.2. 나노압입시험법 .....	5
3. 나노압입시험을 이용한 박막의 점착력 평가 .....	11
3.1. 모델의 기본 개념 .....	11
3.2. 계면인자와 점착력 .....	14
3.3. 기존 모델의 실험 방법 및 의의와 한계 .....	16
4. 연질 박막 복합물에서 소성변형역 모델 .....	21
4.1. 복합물에서의 기판이 받는 힘과 소성변형역 .....	21
4.2. 모델링 구체화 .....	24
5. 시편 제작 및 분석 .....	29
5.1. 시편 제작 과정 및 실험 방법 .....	29
5.2. 스크래치 테스트 .....	31
5.3. 실험 결과 및 분석 .....	32
6. 결론 .....	45
참고문헌 .....	46
Appendix .....	48
Abstract .....	53

## 표 및 그림 목차

<b>Table A.1</b>	Adhesion values of each model for Al thin filmed composites
<b>Table A.2</b>	Adhesion values of each model for Ti hard substrated composites
<b>Table A.3</b>	Adhesion values of each model for Al soft substrated composites
<b>Figure 2.1</b>	Conventional adhesion test methods
<b>Figure 2.2</b>	Indentation load-depth curve
<b>Figure 2.3</b>	Schematic diagram of contact morphology
<b>Figure 3.1</b>	Constraints of plastic zone in substrate
<b>Figure 3.2</b>	4 cases of constraint
<b>Figure 3.3</b>	Adhesion strength of Ni-Al composite
<b>Figure 4.1</b>	Process of plastic deformation of the substrate
<b>Figure 4.2</b>	Hydrostatic region at the soft thin film
<b>Figure 4.3</b>	Plastic zone of each material using new model
<b>Figure 5.1</b>	Nano indentation instrument & Berkovich indenter
<b>Figure 5.2</b>	Expected RID vs composite Hardness graph of

- soft thin film
- Figure 5.3** RID vs Hc graph of Al soft thin filmed composites
- Figure 5.4** RID vs Hc graph of Ti hard substrated composites
- Figure 5.5** Figure of Scratch Test
- Figure 5.6** Qualitative comparison of adhesion strength afor Al soft thin filmed composites
- Figure 5.7** Qualitative comparison of adhesion strength for Ti hard substrated composites
- Figure 5.8** Plastic zone radius and force ratio of thin film and substrate & indentation parameter, adhesion strength
- Figure 5.9** RID vs Hc graph of Al soft substrated composites
- Figure 5.10** Qualitative comparison of adhesion strength for Al soft substrated composites
- Figure A.1** Overall surfaces after the scratch test
- Figure A.2** Scratch test result of Ti-Al composite
- Figure A.3** Scratch test result of Al-Al composite
- Figure A.4** Scratch test result of Cu-Al composite
- Figure A.5** Scratch test result of Ti-Cu composite



# 1. 서론

박막은 반도체, 디스플레이 등의 많은 나노 단위의 구조물에서 중요한 위치를 차지한다. 이런 박막은 제3의 점착력을 가진 물질 없이도 기판 위에 증착 과정을 통해 기판과의 점착력을 형성하게 된다. 그런데 나노구조물에서는 열팽창, 충격 또는 습기에의 노출 등의 이유로 점착력 이상의 힘을 받아 박리가 일어날 수 있다. 이렇게 박리가 일어나게 되면 나노구조물의 전기적, 기계적 신뢰성이 떨어지고 결국에는 기능을 할 수 없게 된다.

그래서 나노구조물에서 박막이 일어났는지 확인하는 방법들이 존재한다. 대표적으로 구조물을 넣을 액체와 초음파를 이용해서 확인하는 SAM(Scanning Acoustic Microscope)과 SEM(Scanning Electron Microscope)이 있다. 그런데 이런 방법들은 이미 박리가 일어난 것을 확인하는 것이 목적이다. 그러므로 얼마나 박리가 잘 일어날지를 간접적으로 확인하기 위한 방법으로 점착력을 측정하는 것이 필요하다. 거기에 점착력을 미리 알고 있다면, 나노구조물을 미리 설계하는 데에도 도움이 될 수 있다.

이미 박막의 점착력을 확인하고자 하는 시험법들이 많이 존재한다. 예를 들어, 4 point bending, peel-off test, pull-off test, tape test와 scratch test등이 있다. 그러나 이런 시험법들은 파괴적인 시험법이며, 대개 시편의 크기나 박막이나 기판의 재료에 한계가 있다.

그래서 본 연구에서는 이런 한계를 극복하기 위해 비파괴적인 시험법 중 하나인 나노압입시험을 이용한 박막의 점착력을 평가하는 연구를 먼저 소개할 것이다. 이후 기존 연구의 의의 및 한계를 설명

할 것이다. 이 한계를 해결하기 위해서는 연질의 박막 위에 압입 시험을 진행할 경우, 박막 내부에 수압(hydrostatic pressure)이 생긴다는 연구를 소개하고, 이를 기존 연구에 대입하고자 한다.

그렇기 때문에, 기존 연구에서 소개한 박막과 기판 합성물의 4가지 종류 중에서 박막이 더 연질의 재료이며, 박막의 소성변형력(plastic zone size)이 더 클 경우인 한 가지 경우에 초점을 맞추어 모델을 제시하고자 한다. 최종적으로는 연질 박막에서의 점착력을 정성적으로 측정 가능한 새로운 모델을 제시하고 그 타당성을 확인하고자 한다.

## 2. 이론적 배경

### 2.1. 점착력 측정 방법들

점착력(Adhesion)이란 두 물질의 표면이 서로 붙어 있게 하는 계면에서의 힘을 뜻한다. 접착제 등의 제3의 물질을 통해 두 물질이 붙어 있게 하는 점착력과는 차이가 있다. 예를 들어 기관 위에 증착 장비로 박막을 올릴 때, 박막과 기관 사이에는 점착력이 존재하게 된다.

이런 점착력을 확인하고자 하는 기존의 시험법으로는 주로 4 point bending, peel-off test, pull-off test, tape test와 scratch test등이 사용된다.

이런 여러 가지 시험법들을 결과의 단위에 따라서 3종류로 나눌 수 있다.[1] 첫째로, 점착력 측정 결과 단위를 힘의 단위인 N으로 나타낼 수 있다. 예를 들어, 표면에서부터 조금씩 힘을 증가시켜가며 박막을 긁을 때, 박리가 일어나는 시점에서의 임계 하중이 점착력이라고 정의하는 scratch test가 있다.

두 번째로는, 점착력 측정 단위를 단위 길이 당 힘, 또는 단위 면적 당 에너지의 단위인 N/m, 또는  $J/m^2$ 으로 나타낼 수 있다. 예를 들어서 peel-off test가 있다. 이 시험 방법은 박막을 일정한 속도로 떼어내면서 인가되는 하중을 측정하는 방식으로 진행된다.

마지막으로는 그 단위를 단위 면적 당 힘, 또는 단위 부피 당 힘인  $N/m^2$ , 또는  $J/m^3$ 으로 나타낼 수 있다. 예를 들어 박막 위에 접착제를 도포한 후, 일정 면적의 시편을 붙여, 박막과 수직 방향으로

떼어내는 pull-off test가 있다.

그러나 이런 시험법들은 박리가 일어날 때까지 진행되는 파괴적인 시험법으로 분리되며, 대개 시편의 크기나 재료, 측정 가능한 점착력 등에 한계가 있다.

본 논문에서 이용할 압입시험을 통해서 파괴적으로나마 점착력을 측정하는 방법이 이미 존재한다. 먼저, 계면에 균열을 만들고, 이 균열이 계면을 따라 진전될 때까지 필요한 임계 하중을 측정해야 한다.[2,3] 계면에서의 균열은, 계면의 파괴 인성치나 계면 강도와 밀접한 관계가 있기 때문에 이 방식을 사용할 수 있다. 기판의 경도와 무관하게 결과를 보인다는 장점이 있다.

그러나 본 논문에서는 비파괴적이라는 압입 시험의 장점을 살려 박막의 점착력을 측정하고자 하는 모델을 소개하고, 이를 발전시키는 데에 주력하였다.

## 2.2. 나노압입시험법

압입시험(Indentation test)은 일정 형태의 압입자를 재료의 표면에 누르는 시험 방법이다. 압입 과정에서 얻을 수 있는 하중-변위 곡선(load-depth curve)의 곡선과 압흔을 이용해서 다양한 역학 특성을 평가할 수 있다. 기본적으로 재료의 기계적 물성인 경도(hardness)와 탄성계수(elastic modulus), 파괴인성 등을 측정할 수 있다. 또한 재료의 상태를 나타내는 잔류응력(residual stress) 등도 측정이 가능하다.

이렇게 압입시험은 비파괴적이며, 특정 부분에서의 여러 가지 물성 도출이 가능하고, 시편의 제약이 없다는 점이 장점이다. 또한 시험법이 간단하기 때문에 구조물이나 각종 산업 대상의 평가에 널리 사용되는 추세이다. 또한 매크로부터 마이크로, 나노 단위까지 시험 범위가 다양하기 때문에 전자 부품 등에 사용되는 박막 등 미세 소재의 물성평가도 가능하다. 그러므로 본 연구에서는 나노압입시험법을 사용하여 박막의 점착력을 측정하고자 한다.

압입시험은 비파괴적인 시험법으로 분류되지만, 압입자가 표면을 누를 때, 압입자 하부에서는 소성변형(plastic deformation)이 일어난다. 하지만 박리가 일어날 만큼의 파괴시험이 아니라면 비파괴적인 장점을 유지할 수 있다. 본 연구에서는 이렇게 소성변형된 부피당 압입 시험이 해준 일을 이용하여 점착력을 측정하는 모델을 이용할 것이다.

압입시험에서 재료의 경도를 평가하는 방법은 다음과 같다.

$$H = \frac{L_{\max}}{A_c} \quad (2-1)$$

여기서  $A_c$ 는 최대 압입하중에서의 압입자와 재료가 접촉하는 부분을 재료 표면에 투영한 접촉면적(projected area)을 뜻한다. 이 접촉면적은 접촉깊이( $h_c$ )와 압입자의 기하학적 형태로 구할 수 있다. 즉, 압입시험에서의 경도는 최대 압입 하중에서의 평균 접촉 압력이라는 물리적 의미를 가진다. 아래 수식은 베르코비치(Berkovich) 압입자를 사용할 경우에 접촉깊이를 통해 접촉면적을 구하는 수식이다.[4]

$$A = 3\sqrt{3}\tan^2\theta \cdot h_c^2 \approx 24.5 \cdot h_c^2 \quad (2-2)$$

위의 수식에서  $\theta$ 는 압입자의 기하학적 형상에 따라 65.3 °이다.

접촉깊이는 압입이 진행됨에 따라 재료의 표면이 탄·소성적으로 변하기 때문에 압입깊이와는 다르게 된다. 재료의 탄성 변형에 대한 해석으로는 주로 Oliver와 Pharr가 제시한 이론[5]이 쓰인다. 이는 압입하중과 재료의 강성, 압입자 형상을 통하여 재료의 탄성변형량을 계산하는 이론이다. 이로부터 압입 시험에서 하중을 제거한 후의 접촉면적을 유추할 수 있다. 이 이론은 압입으로 인한 재료 표면의 소성적 변형이 없거나 무시할 수 있다는 가정이 필요하다. 이 이론에 따르면 접촉깊이는 재료의 탄성회복변형량( $h_d$ )을 고려하여 다음과 같이 나타낼 수 있다.[6]

$$h_c = h_{\max} - h_d = h_{\max} - \left(\epsilon \cdot \frac{L}{S}\right) \quad (2-3)$$

( $\epsilon = 0.72$  for conical, 0.75 for pyramidal,  
1 for flat punch indenter)

접촉깊이에 영향을 주는 재료의 소성변형은 파일업(pile-up)으로 해석할 수 있다.[7] 파일업은 재료에 압입을 할 때, 압입자를 둘러싸고 표면 위로 소성변형이 쌓인다는 것을 의미한다. 그러므로 최종적으로 재료의 접촉깊이는 다음과 같은 식으로 나타낼 수 있다.

$$h_c = h_{\max} - h_d + h_p \quad (2-4)$$

그러나 나노압입시험을 이용한 박막 실험에서는 굉장히 얇은 깊이로 실험이 진행된다. 또한 기본적으로 증착된 박막간의 점착력이 존재하기 때문에, 파일업이 존재하지 않거나, 결과에 영향을 줄만큼 크지는 않을 것으로 예상하였다.

압입시험에서의 탄성계수는 하중 제거시의 곡선(unloading curve)의 초기 접선 기울기인 강성(stiffness)으로부터 구할 수 있다. 아래 식은 피라미드 형태 압입자의 경우에서 접촉면적과 탄성계수 및 강성과의 관계를 나타낸 것이다.

$$S = \frac{dP}{dh} = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad (2-5)$$

위의 식에서  $\beta$ 는 압입자 형상을 보완하기 위한 보정 상수이다.

Test	Schematic diagram
3/4 point bending	
Peel-off	
Blister	
Pull-off	
Tape	

Figure 2.1 Conventional adhesion test methods



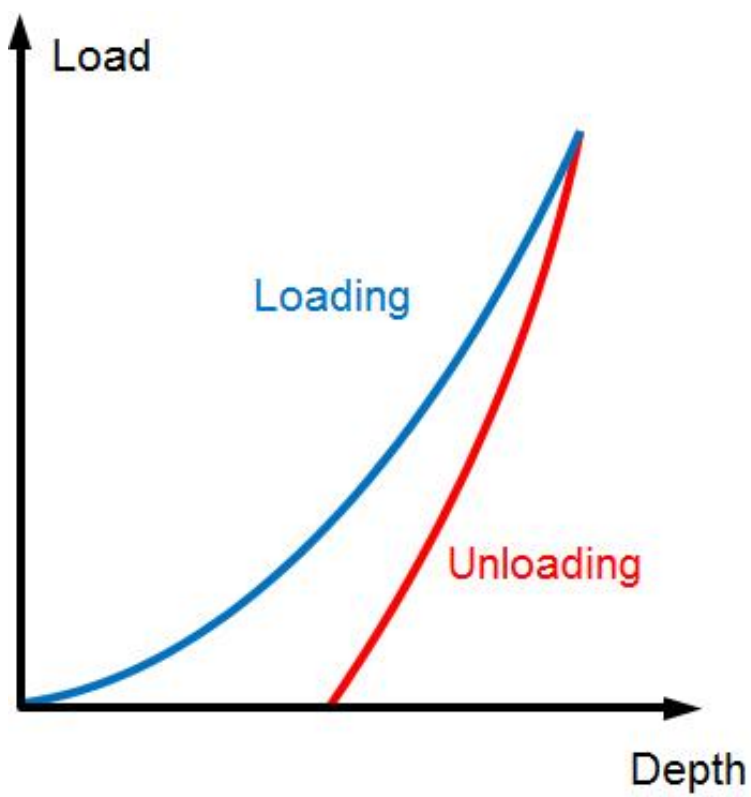


Figure 2.2 Indentation load-depth curve

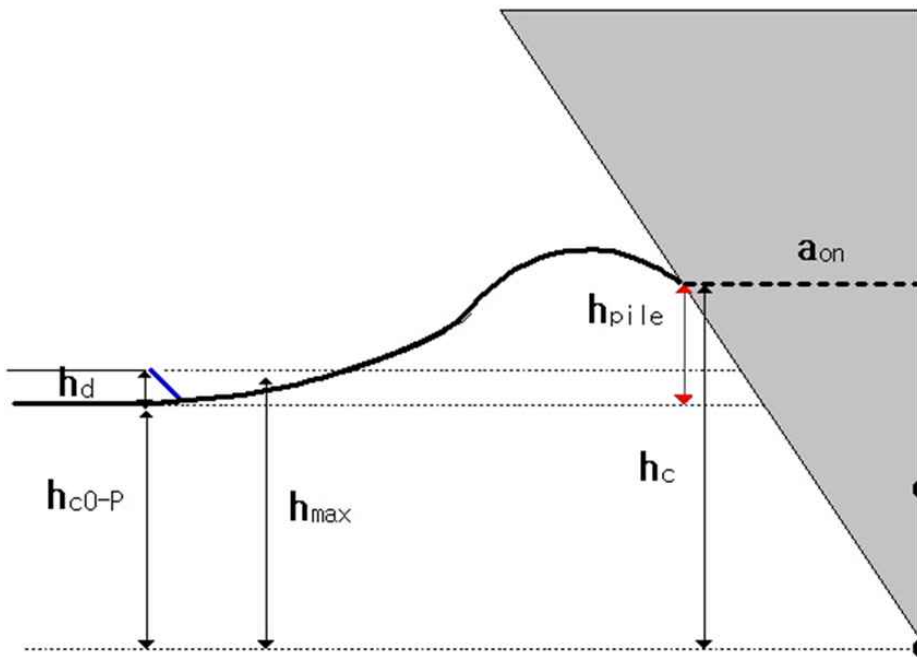


Figure 2.3 Schematic diagram of contact morphology

### 3. 나노압입시험을 이용한 박막의 점착력 평가

#### 3.1. 모델의 기본 개념

압입자 하부에서는 소성변형이 일어난다. 이 때, 압입자가 재료에 가해 준 에너지가 소성변형을 일으킨 에너지와 동일하다고 볼 수 있다. 재료에 소성변형이 일어나게 되면서 재료가 받은 일의 양은 해당 재료의 경도를 이용한 다음과 같은 식을 통해서 계산할 수 있다.[8]

$$H = \frac{P}{A} = \frac{W}{V} \quad (3-1)$$

위의 식에서  $W$ 는 압입자가 가해 준 일,  $V$ 는 소성변형역의 부피를 의미한다. 그러므로 소성변형역에서 생성된 일은 다음 식과 같다.

$$W_{plastic} = H \cdot V_{plastic} \quad (3-2)$$

그러므로 기판에 박막을 올린 합성물(composite)에서 만약 점착력이 전혀 존재하지 않는 이상적인 경우에는, 압입자가 가해 준 일이, 박막과 기판의 각 소성변형역에서 일어난 일의 합으로만 나타낼 수 있다.

$$W_{total} = W_{film} + W_{substrate} \quad (3-3)$$

그러나 계면에 점착력이 존재하는 경우에는 계면의 존재로 인해 추가로 일이 발생하게 된다. 그 경우에는 압입자가 가해 준 일을 다음과 같은 식으로 나타낼 수 있다.

$$W_{total}^* = W_{film} + W_{substrate} + W_{adhesion} \quad (3-4)$$

그러므로 식(3-3)과 식(3-4)의 차이로 계면의 점착력의 크기를 계산할 수 있다.

$$W_{adhesion} = W_{total}^* - W_{total} \quad (3-5)$$

이 때, 박막과 기판 각각의 소성변형역의 부피(V)를 구해야  $W_{film}$ 와  $W_{substrate}$ 를 알 수 있다. ECM 모델에서 압입자 하부의 소성변형역은 반구형으로 생긴다고 가정할 수 있다.[9,10] 그러므로 소성변형반지름(C, plastic zone radius)을 이용하여 소성변형역의 부피를 구할 수 있다.

소성변형반지름은 코니컬 압입자를 사용할 경우 다음과 같은 식을 통해 구할 수 있다.[11]

$$\left(\frac{c}{a}\right)^3 = \frac{1}{3} \frac{E}{\sigma_y} \cot \alpha \quad (3-6)$$

위의 식에서 a는 압입자의 중심축으로부터의 접촉 반경을 나타내는 contact radius,  $\sigma_y$ 는 항복강도(yield strength), 그리고  $\alpha$ 는 코니컬 압입자의 기하학적 형상으로부터 나온 70.3 °이다.

소성변형반지름이 재료의 탄성계수와 항복강도로부터 결정되기 때문에 박막의 재료, 기판의 재료에 따라서 각각 소성변형 반지름이 결정되고, 결국 그 반지름으로부터 반구형으로 가정한 소성변형역의 부피를 구할 수 있다.

즉, 각 재료의 소성변형반지름에는 차이가 있기 때문에 각 재료를 같은 깊이만큼 압입했을 때를 가정하면, 복합물 단면의 계면에서의 소성변형역은 불연속하게 된다. 그런데 계면에 점착력이 존재하는 경우에는 이렇게 구한 소성변형역이 변하게 된다. 계면에서 소성변형역의 차이가 줄어들어 방향 소성변형역이 줄어들거나 늘어나게 된다. 이렇게 소성변형역이 계면의 점착력에 의해 증감하는 현상

을 구속(constraint)이라고 한다.[12-15]

### 3.2. 계면인자와 점착력

복합물을 구성하는 박막과 기판 2가지 재료 중에서도 상대적으로 더 경도가 낮은 연질의 재료가 구속되고, 상대적으로 더 경도가 높은 재료에서의 소성변형역은 구속되지 않는다.[16] 그렇기 때문에 이 모델에서는 경도차이와 소성변형반지름에 따라서 총 4가지 경우가 존재한다. 먼저, 박막이 더 연질의 재료일 경우와 기판이 더 연질의 재료일 경우가 있다. 각 경우에서는 구속되는 재료가 달라지게 된다. 또, 박막이 더 소성변형반지름이 클 경우와, 기판이 더 소성변형반지름이 클 경우가 있다. 이 모델에서는 이렇게 4가지 경우에서 모두 점착력을 구할 수 있다고 보았다.

모든 경우에서, 구속되는 소성변형역의 정도에 따라서 박막의 점착력을 구할 수 있다. 그를 위해서 계면인자( $\chi^3$ , interface parameter) 개념을 도입하였다. 계면인자는 더 연한 재료가 구속되기 이전의 이론적인 소성변형역의 부피 대비 구속되고 난 이후의 소성변형역의 부피비를 의미한다.[16]

$$\chi^3 = \frac{V^*}{V} \quad (3-7)$$

위 식에서  $V^*$ 는 구속 이후의 소성변형역 부피이다. 구속 이전 소성변형역의 부피는 식(3-6)을 통해서 구할 수 있지만, 구속 이후는 이론적으로 구할 수 없다. 그렇기 때문에 계면인자는 다른 방식으로 유도할 수 있다.

그 중, 더 연질의 재료가 무엇인지에 따라서 계면인자를 구하는 방법이 달라지게 된다. 박막이 더 연한 성질의 재료일 경우에는 다음과 같은 과정을 따른다.

$$(HV)_{total}^* = (HV)_{film} + (HV)_{substrate} + (W_{adhesion}) \quad (3-8)$$

이 중 좌측은 복합물에서의 일을 의미한다. 또한 계면에서의 일은 박막에 구속을 일으키게 되므로, 다음과 같이 표현할 수 있다.

$$(HV)_{total}^* = (HV)_{film}^* + (HV)_{substrate} \quad (3-9)$$

위 식의 모든 요소들 중, 경도는 변하지 않고, 더 경질의 재료인 박막과 관련된 소성변형역만 변하게 된다. 최종적으로 위 수식을 정리하면 다음과 같은 수식이 된다.

$$H_c(V_f \cdot \chi^3 + V_s) = (H \cdot V \cdot \chi^3)_f + (HV)_s \quad (3-10)$$

위 수식을 정리하면 계면인자를 얻을 수 있다.

$$\chi^3 = \frac{V_s(H_s - H_c)}{V_f(H_c - H_f)} \quad (3-11)$$

반대로 기판이 더 연질의 재료일 경우에도 비슷한 과정을 따라 다음과 같은 계면인자를 얻을 수 있다.

$$\chi^3 = \frac{V_f(H_f - H_c)}{V_s(H_c - H_s)} \quad (3-12)$$

이렇게 구한 계면인자를 위의 식(3-5)에 대입하면 계면에서 일어난 일을 구할 수 있다.

$$W_{adhesion} = H_f \cdot V_f(\chi^3 - 1) \quad (3-13)$$

그러나 이렇게 구한 일은 압입 깊이에 따라 달라진다. 이를 위해 깊이에 따라 일을 정규화(normalization)하면 점착력을 다음과 같이 구할 수 있다.

$$\sigma_{adhesion} = H_s(\chi^3 - 1) \quad (3-14)$$

### 3.3. 기존 모델의 실험 방법 및 의의와 한계

이렇게 점착력을 구한 필수요소인 계면인자에는 복합물, 박막, 기관의 경도가 3개, 박막, 기관의 소성변형역 부피가 2개로, 총 5개의 요소가 존재한다. 각 요소를 구하는 방법은 다음과 같다.

먼저 복합물에서는 박막 깊이 대비 압입 깊이(RID; Relative Indentation Depth)를 증가하면서 실험함에 따라 그 경도 값이 달라진다. 이 때 소성변형역의 크기는 보통 압입 깊이의 10배정도가 되기 때문에 RID가 0.1 이하일 때 까지는 박막에 형성되는 소성변형역이 계면까지 닿지 않는다. 그러므로 0.1 RID에서 측정된 경도는 계면과 기관의 영향을 거의 받지 않은 박막의 경도라고 볼 수 있다. 그러나 0.1 이상의 RID에서 측정된 경도는 기관과 계면의 영향을 받은 복합경도라고 볼 수 있다.[14] 그 중에서도 0.4 RID에서 측정한 복합경도를 계면인자를 구하기 위해 쓴다. 그 이유는 재료마다 소성변형역의 크기가 달라서, 충분히 계면과 기관에 의해 영향을 받으면서도 재료에 파괴를 일으키지 않을 압입 깊이가 0.4 RID 라고 보았기 때문이다.

1 이상의 RID로 압입을 하게 되면 기관의 경도가 주로 복합경도에 영향을 많이 주는 요소지만[17], 그 정도에 따라서 박막의 경도에도 영향을 받으며, 무엇보다도 계면에 파괴가 일어날 수가 있다. 그렇기 때문에 기관의 경도는 기관에 RID와는 관계없이 따로 직접 압입 시험을 하여서 구한다.

계면인자의 요소 중 소성변형역의 부피와 반지름은 압입 깊이와 해당 압입자의 기하학적 형상으로 구하는 접촉반경으로 계산할 수 있다. 그래서 박막의 소성변형역은 복합경도를 구할 때인 0.4 RID



만큼 압입했을 때를 기준으로 그 부피를 구한다. 그런데 해당 모델에서는 점착력을 구하기 위해 필요한 기관의 소성변형역을 구할 때에도 기관 위에 0.4 RID를 압입했을 때를 기준으로 삼는다.

기존 모델에서는 이렇게 5가지 요소로 계면인자를 구하고 최종적으로 니켈(Ni) 기관 위에 알루미늄(Al) 박막 1 $\mu$ m를 증착한 경우에서의 점착력을 구하였다. 이 때 아르곤 플라즈마(Ar plasma)로 기관에 전처리를 각각 5, 10, 15, 20, 25, 30분씩 하여 계면 점착력에 변화를 주었다. 이 때 플라즈마로 전처리를 하면 특정 시간까지는 전처리 시간이 늘어남에 따라서 점착력이 증가하게 된다. 이 모델에서는 이 실험을 통해 전처리 시간이 늘어남에 따라 점착력이 늘어나는 것을 확인하였다.

그런데 실제로 복합물에 압입을 진행할 때에 기관에는 박막을 통해 간접적으로 에너지가 전달된다. 그러므로 기관 위에 직접 0.4 RID만큼 압입한 경우의 소성변형역 부피를 계면인자에 대입하기에는 오류가 있다. 이 모델에서는 같은 소재를 사용하되, 공정 과정인 전처리를 다르게 하여 점착력에 변화를 준 경우였으므로 기관의 소성역 부피에 차이가 있어도 그 변화 양상을 확인할 수 있었다는 데 그 의의가 있다. 하지만 서로 다른 소재를 이용할 때에는, 각 소재의 경도값에 의해 영향을 받을 것이므로 아직 비교가 불가능하다는 것에 그 한계가 있다.

그러므로 실제 복합물 위에 압입하는 경우에서 점착력과 박막에 의해 간접적으로 힘을 받는 기관에서의 소성변형역을 고려한다면, 서로 다른 소재에 대해서도 조금 더 정량적으로 점착력을 비교할 수 있을 것이다.

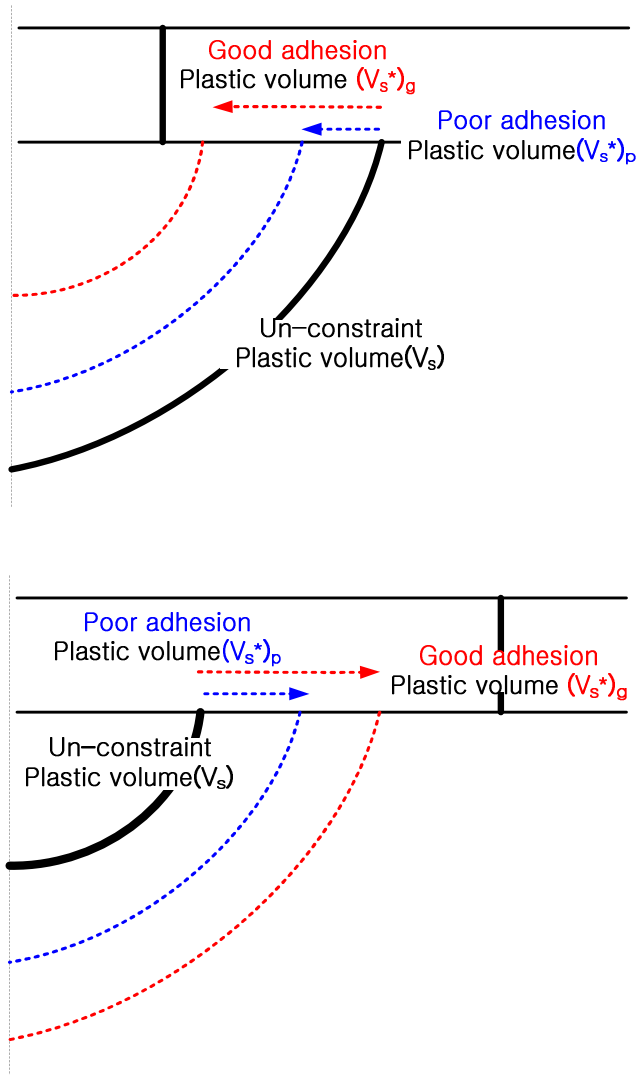


Figure 3.1 Constraints of plastic zone in substrate

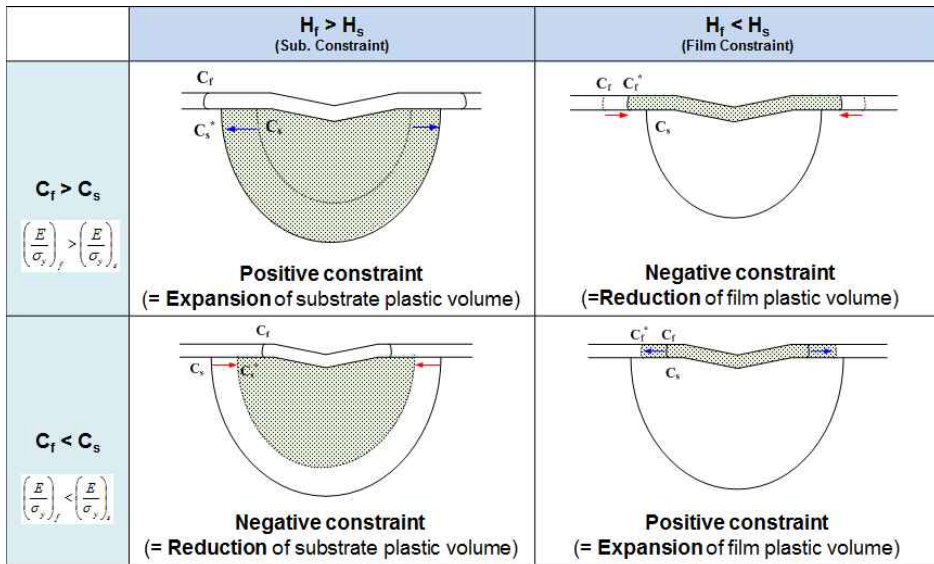


Figure 3.2 4 cases of constrain

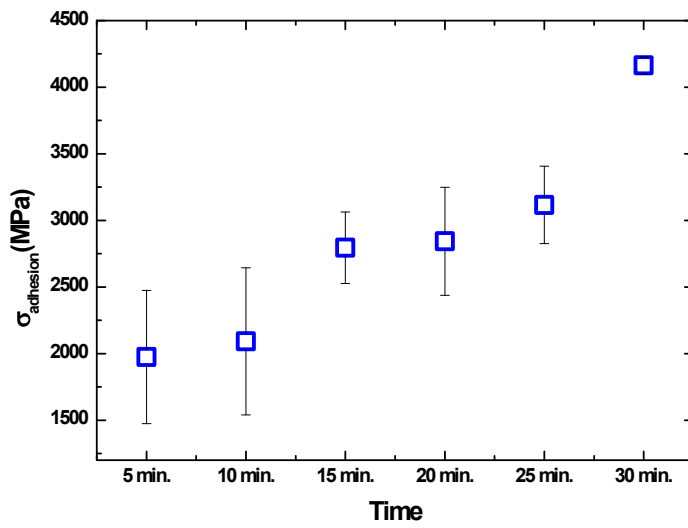


Figure 3.3 Adhesion strength of Ni-Al composite

## 4. 연질 박막 복합물에서 소성변형역 모델

### 4.1. 복합물에서의 기관이 받는 힘과 소성변형역

앞서서 비파괴적인 압입시험으로 점착력을 구한 모델과 그 한계를 설명했다. 박막과 기관 사이의 점착력에 의한 영향을 고려하여 기관의 소성변형역을 구하기 위해서는 먼저, 압입 과정에서 복합물과 박막에 어떤 일이 발생하는지부터 확인할 필요가 있다.

복합물을 압입할 때, 시험의 극초기 단계에서는 박막에 탄성변형만 일어난다. 재료의 항복강도가 지나게 되는 단계에서는 박막에 소성변형이 생기게 된다. 압입이 진행되면서는 소성변형역이 점점 커지며, 약 0.1 RID 정도로 압입을 하면 그 소성변형역이 계면에 닿게 된다. 이후에는 박막에 생긴 소성변형역의 영향을 받아 기관에 탄성변형만 일어나는 시점을 거쳐, 결국 기관에도 소성변형이 일어나게 된다.[18]

연질의 박막을 상대적으로 경질의 기관 위에 증착한 복합물에서 압입을 할 경우, 박막 내부에는 수압(hydrostatic pressure)이 생긴다. 연질 박막 복합물 대상으로 스페로-코니컬(sphero-conical) 압입자를 사용했을 때 수압이 생기는 범위를 나타내는 코어 존 반지름( $a_{cr}$ ; core zone radius)은 다음과 같이 구할 수 있다.[19]

$$\frac{c - a_{cr}}{a - a_{cr}} = 3 \quad (4-1)$$

그리고 그 수압은 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$P = \pi a_{cr}^2 (p_{cr} - H_f) + \pi a^2 H_f \quad (4-2)$$

이 때 P는 압입 하중, a는 접촉 반경이다.

$$p_{cr} = H_f + (P - \pi a^2 H_f) / \pi a_{cr}^2 \quad (4-3)$$

이 때 수압부분 뿐이 아니라 박막의 소성변형역 하부에 있는 기관 전부가 힘을 받을 것이다. 하지만 소성변형역내부의 압력 분포를 알 수가 없고, 압입자의 바로 하부에 위치한 박막에서의 수압 부분에서 기관이 힘을 집중적으로 받을 것임을 알 수 있다. 그렇기 때문에 수압 부분을 제외한 나머지 부분에서는 기관에 z축 방향으로 힘을 가하지 않는다고 가정하였다. 이 가정에서 기관이 받는 총 힘은 다음과 같이 계산할 수 있다.

$$F = p_{cr} \times a_{cr}^2 \times \pi \quad (4-4)$$

실제 복합물의 기관 상황 모사 실험을 하려면  $a_{cr}$ 만큼의 크기에 총 F만큼의 압입을 가해야 한다. 그러나 이 때 압입자의 형상에 제한이 있기 때문에 2가지의 방법으로 나눌 수 있다. 첫 번째는  $a_{cr}$ 만큼 접촉반경이 되도록 압입하는 것, 두 번째는 F만큼 압입하는 것. 그런데  $a_{cr}$ 만큼의 반경으로 압입을 하려면 무슨 압입자를 사용하든지 형상과 깊이 등의 요소에 제한이 생긴다. 예를 들어, 플랫 펀치 (flat punch) 압입자를 사용한다면  $a_{cr}$ 만큼의 크기를 매번 제작해야 하며, 구형이나 침단이 뾰족한 압입자를 사용한다고 하더라도 그 곡률이나  $a_{cr}$ 의 기준을 맞추는 데에 제한이 생길 수 있다.

그렇기 때문에 기관을 식(4-4)에서 구한 F만큼의 힘으로 압입할 때의 새로운 압입 깊이  $h_{max}$ 와 식(3-6)으로 기관의 소성변형역을 구할 수 있다.

이렇게 구한 모델에서는 박막의 소성변형역이 기관의 소성변형역보다 무조건 크게 생기게 된다. 그러므로 기존 모델에서 경도와 소성변형역에 따른 4가지 경우 중에서 박막이 더 연질인 2가지 경우 중 박막의 소성변형역이 더 클 경우 1가지에만 초점을 남게 된다. 나머지 박막의 소성변형역이 더 작을 경우는 실제 복합물의 점착력

과 일치하지 않을 것이라고 볼 수 있다.

또한 이 모델의 경우에서 계면인자는 항상 0에서 1사이를 가지게 된다.

## 4.2. 모델링 구체화

압입 이후 소성변형반지름을 직접 측정하기 위해서는 대개 원자간력 현미경 (AFM; Atomic Force Microscope) 등을 이용한다. 하지만 박막을 얇게 증착한 복합물에서는, 기관에서의 변화를 무시한 박막에서의 반지름을 구할 수 없다. 또한 기관에서의 소성변형반지름을 구하기 위해서는 증착된 박막을 제거한 후, 같은 위치에서 AFM을 사용해야 하므로 이는 실현 불가능한 방법이다.

소성변형반지름을 수식적으로 구하기 위해서는 식(3-6)이나 아래 수식(4-5)에서 나오는 항복강도를 필수적으로 알아야 한다. 하지만 그동안 항복강도는 역으로 AFM 등으로 구한 소성변형반지름을 이용하여 구해 왔다.[20]

$$c = \left[ \frac{3P}{2\pi\sigma_y} \right]^{1/2} \quad (4-5)$$

그렇기 때문에 다른 요소로 항복강도를 구해야 한다. 압입시험을 이용하여 얻을 수 있는 탄성계수와 시험 결과 요소들로 다음 수식을 이용해서 구할 수 있다.[21]

$$\frac{E}{\sigma_y} = 44.86 \frac{h_{\max}}{h_{\max} - h_f} - 27.79 \quad (4-6)$$

하지만 위의 수식의 도출 과정을 살펴보면, 항복강도가 재료의 경도에 비례한다는 내용이 있다. 실제로, 재료의 경도는 항복강도의 3 배에 가까운 특성을 보인다. 그러므로 본 모델에서는 이전 모델을 그대로 이용하지 않고, 오히려 단순화시켜 아래 수식[22]을 이용하기로 하였다.



$$\sigma_y = \frac{1}{3}H \quad (4-7)$$

복합물에 압입 시험을 할 때, 압입자는 박막을 통해 기판에 간접적으로 영향을 준다. 기판에 직접적으로 힘을 가하는 것은 계면에 있는 수압 부분이다. 상대적으로 기판이 박막보다 경질의 재료이기 때문에 복합물에서의 계면은 압입 시험 전의 복합물에서 크게 달라지지 않을 것이다. 그렇기 때문에 이 경우에서 기판에 가해지는 힘과 반지름을 모사하려는 모델로는, 플랫 펀치(flat punch) 압입자나 곡률이 작은 구형 압입자를 사용하여야 보다 정확할 것이다.

하지만 두 경우에서 모두 소성변형역을 구하는 식이 아직 연구 단계이며, 플랫 펀치 압입자도 실제 복합물 상황과 같지 않고, 수압 반지름과 일치하는 반지름으로 제작하려면 시간적, 기술적 제약이 많이 따른다. 또한 구형 압입자도 어떤 곡률로 만들어야 실제와 비슷할지 알 수 없으며, 원하는 곡률로 제작하려면 역시나 많은 제약이 있다.

그래서 본 모델에서는 박막과 복합물의 경도를 구할 때 모두 기존 모델과 동일하게 베르코비치 압입자를 사용한다. 그래서 기판의 소성변형역을 구하기 위해서도 침단이 뾰족한 압입자(pyramidal indenter) 중 베르코비치 압입자를 사용하였다.

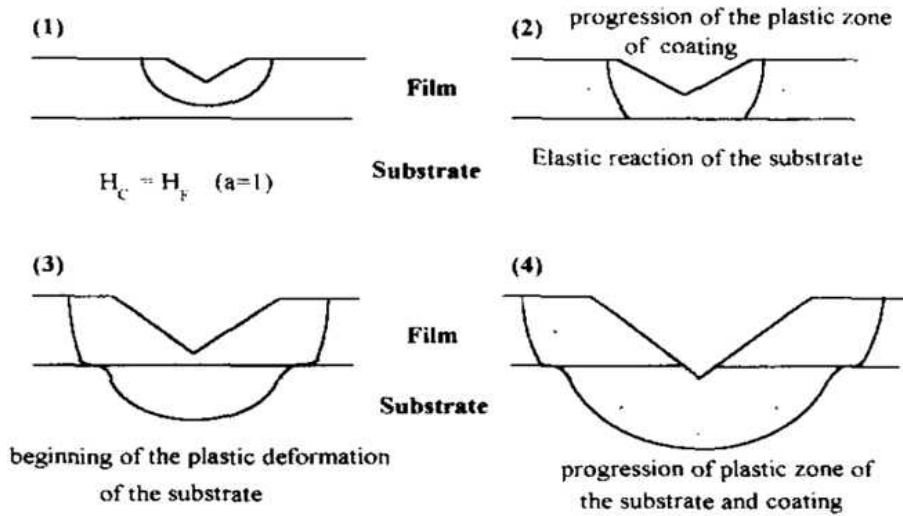


Figure 4.1 Process of plastic deformation of the substrate [18]

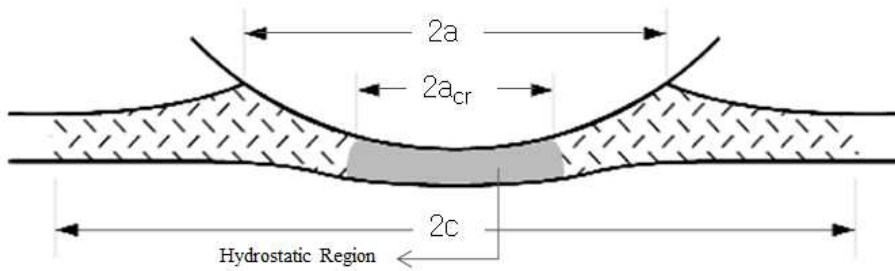


Figure 4.2 Hydrostatic region at the soft thin film [19]

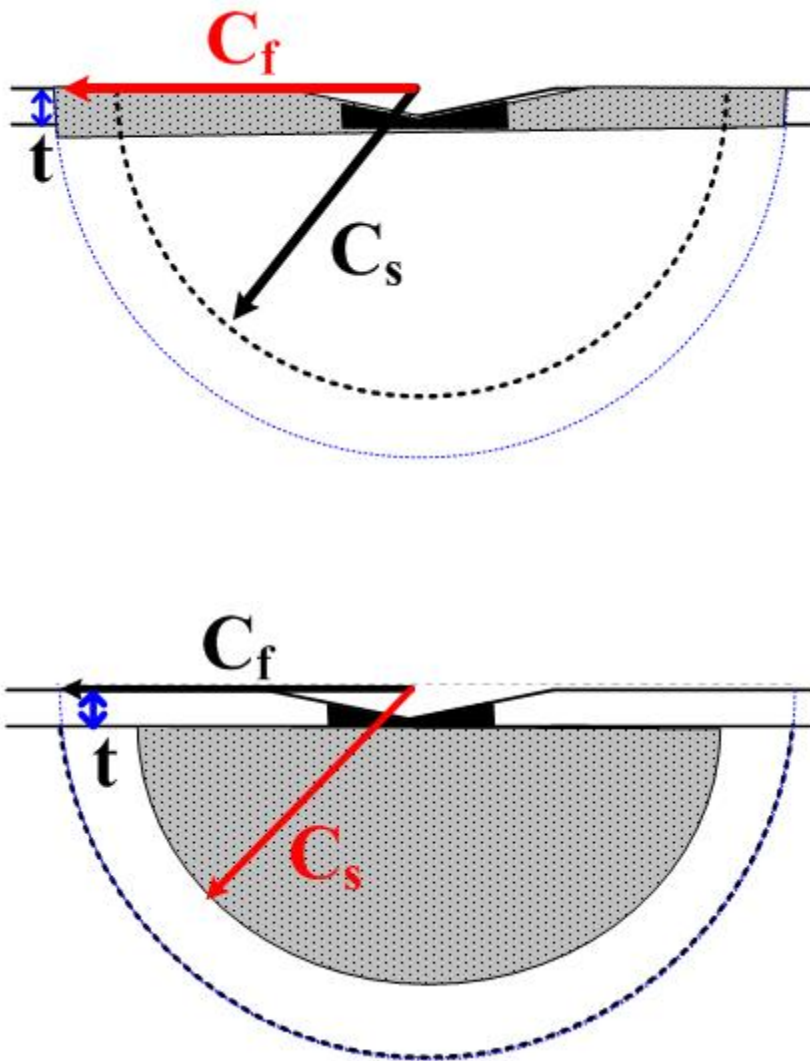


Figure 4.3 Plastic zone of each material using new model

## 5. 시편 제작 및 분석

### 5.1. 시편 제작 과정 및 실험 방법

연질 박막의 점착력을 평가하고자 하는 모델을 제시하였다. 증착이 가능한 연질 박막 중에서 알루미늄과 구리를 사용하였다. 기판은 티타늄, 알루미늄, 구리를 이용하였다. 그래서 서로 다른 기판 위에 같은 알루미늄 박막을 증착한 복합물의 점착력을 비교할 것이다. 또한 같은 기판 위에 서로 다른 박막을 증착한 복합물의 점착력도 비교할 것이다.

또한 연질의 박막에서 뿐만 아니라, 상대적으로 경질의 박막에서도 비교해보기 위하여, 알루미늄 박막 위에 각각 티타늄, 크롬, 몰리브덴 박막을 증착하였다. 모든 박막 재료는 Metal Sputtering 장비를 이용하여  $1\mu\text{m}$  만큼 증착하였다.

나노압입시험에서는 삼각뿔 형태의 베르코비치 압입자를 이용하였다. 기판이 각 압입 깊이에서 얼마나 영향을 받는지 알아보기 위해 여러 RID에서 반복 실험을 하였다. 압입시험은 RID가 각각 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9, 1.0인 깊이에서 진행하였다. 이렇게 각 RID에서 경도를 구하고, RID가 증가함에 따라서 복합경도의 증감 추세에 따라 점착력을 예상할 수 있다.

점착력은 정규화 과정을 거치기 때문에 RID에 따라 거의 차이가 없어야 한다. 각 RID에서 박막과 기판에서의 소성변형반지름의 비율을 구했다. 또한 박막이 압입자로부터 받는 힘 대비, 기판이 수압 부분으로부터 받는 힘의 비율도 구하였다.

기존 모델과 새로 제시한 모델에서의 점착력 결과를 제시하고 스크래치 테스트와의 비교로 어느 경우가 더 잘 맞는지 비교할 수 있다.

## 5.2. 스크래치 테스트

새로 제시한 모델과 이전 모델의 비교를 위해서는 기준이 될 새로운 시험이 있어야 한다. 스크래치 테스트는 비교 시험으로 선택하였다. 본 모델의 점착력 시험 결과는 단위면적 당 힘의 단위로 나타나기 때문에 풀-오프 테스트를 사용해야 정량적인 비교가 가능할 것이다. 하지만 스크래치 테스트는 시험체를 박막에 접착시킬 때 시험편이 영향을 받을 수 있고, 측정하는 부분 모두에 균일한 응력을 가하기 어렵다. 또한 가장 강한 부분의 점착력이 전체 점착력 측정에 기여가 크다는 등의 한계가 있다. 그렇기 때문에 단위에서 차이가 나더라도 파괴되는 부분이 작아 반복 실험이 가능하고 국부적인 평가가 가능한 스크래치 테스트로도 본 실험의 정성적인 비교가 가능할 것이다.

### 5.3. 실험 결과 및 분석

연질 박막을 증착한 각 시편에서 복합경도는 RID가 증가할수록 경도가 증가하는 모습을 보인다. 같은 알루미늄 박막, 티타늄, 알루미늄, 구리 기판을 이용한 3가지 복합물을 비교하자면 초기 0.1, 0.2 RID에서는 경도가 거의 비슷하다. RID가 증가하면서 각 시편 별로 복합경도가 증가하는 속도가 다르기 때문에, 1에 가까운 큰 RID에서는 구리, 알루미늄, 티타늄 기판을 이용한 순서대로 복합경도가 작다.

그런데 실제 기판은 티타늄, 구리, 알루미늄 순으로 작아지기 때문에 만약 3개 복합물의 점착력이 모두 같다면 티타늄, 구리, 알루미늄 순으로 1에 가까운 RID에서의 복합경도가 작아져야 한다. 그렇기 때문에 점착력은 구리, 알루미늄, 티타늄 순으로 작아지는 것을 예상할 수 있다.

재료에 따라 다르지만 보통 소성변형반지름 대개 압입깊이의 10배 정도이다. 티타늄 기판에 알루미늄 박막의 소성변형반지름을 나타낸 표를 보면, 박막의 소성변형반지름도 압입깊이의 10배 정도이다. 그리고 박막 대비 기판의 소성변형반지름의 크기는 약 0.23배가 된다. 또한 복합물 위에 0.4 RID만큼 압입하는 힘과 그 힘이 간접적으로 기판을 누르는 힘의 비율은 약 0.13이다.

알루미늄 연질 박막의 각 시편에서 기존 모델과 새로 제시한 모델간의 점착력을 계산하면 서로 다른 양상을 보이는 것을 확인할 수 있다. 그런데 스크래치 테스트와 비교하면 기존 모델보다 새로 제시한 모델에서 구한 점착력이 정성적으로 경향성이 일치하는 것을 확인할 수 있다.



반면 티타늄 경질 기관의 각 시편에서 두 모델에서 구한 점착력과 스크래치 테스트를 비교해보았다. 이 경우에는 RID 대비 복합경도만으로는 어느 시편이 더 점착력이 큰지 예상하기 힘들다. 그 이유는 박막의 재료가 달라 초기 RID에서의 경도부터가 크게 차이나기 때문에, 압입 깊이가 증가해도 박막의 영향을 얼마나 받았는지 알기 힘들기 때문이다.

티타늄 경질 기관에서 각 모델을 이용해서 구한 점착력의 경향성은 기존 모델보다 새로 제시한 모델에서 더 일치하는 것을 확인할 수 있다. 하지만 스크래치 테스트와 그 단위가 다르다는 것을 고려하더라도 새로 제시한 모델은 두 시편간의 점착력 차이가 10배 가까이 나기 때문에, 약 2배 정도 나는 스크래치 테스트와는 너무 많은 배율 차이가 난다. 반면 알루미늄 연질 박막은 차이가 나는 비율도 거의 일정했다.

이렇게 큰 차이를 보이는 이유를 두 가지로 나누어 설명할 수 있다. 첫 번째는, 압입시험은 박막 두께 내에서 이루어지기 때문에, 계면의 점착력과 기관의 영향을 받더라도 박막의 영향을 더 직접적으로 받기 때문이다. 같은 박막과 다른 기관을 이용할 때에는 박막보다도 주로 기관과 점착력에 의한 영향에 의해 결과가 달라질 수 있다. 하지만 같은 기관과 다른 박막을 이용할 때에는 박막의 영향을 완벽하게 배제할 수 없기 때문에 점착력만의 결과를 얻기가 힘들 수 있다.

두 번째로는, 서로 다른 박막이 더 연질의 재료이기 때문이다. 점착력을 구할 때 더 연질의 재료의 경도와 계면인자의 요소가 필요하다. 그렇기 때문에 실제 계면에서 동일한 점착력을 가진다고 하더라도 더 연질의 재료의 경도가 많이 다르면 계산 결과가 크게 차이 날 수도 있다.

더 경질의 박막과 연질의 알루미늄 기관을 사용한 시편의 결과를

살펴보면, RID가 증가함에 따라 복합경도가 작아지는 것을 볼 수 있다. RID가 1.0에 가까워짐에 따라서 경도가 차이를 거의 보이지 않고, 결과적으로 경도 그래프만 보고는 점착력의 경향성을 예측할 수 없다.

기존 모델과 새로 제시한 모델, 스크래치 테스트 결과를 비교한 것을 보면 두 모델 모두 스크래치 테스트와는 경향성이 일치하지 않는다. 이것은 기존 모델은 서로 다른 재료를 사용할 때 쓰기 적합하지 않은 모델이며, 새로 제시한 모델은 박막이 연질일 경우에 초점을 맞춘 모델이기 때문이다.

결과적으로 새로 제시한 모델은 기판이 같고, 더 연질의 서로 다른 박막들을 증착했을 경우 점착력을 비교하기에 적합한 모델이라는 것을 알 수 있다. 또한 새로 제시한 모델에서 연질의 박막의 점착력은 각 RID에서 거의 비슷한 값을 보였던 반면에 경질의 박막의 점착력은 각 RID에서 점차 증가하는 경향성을 보였다. 그리고 더 경질의 박막의 점착력 계산 결과에서 특이한 점은, 기존 모델에서도 점착력의 단위가 Gpa로 나타났다는 점이다. 이는 기존 모델 또한 경질의 박막에서 사용하기에 부적합할 수도 있다는 것을 의미한다. 이로서 연질의 박막에서 기존 모델을 사용하고자 할 때에 0.4 RID의 깊이를 사용하더라도 정규화가 잘 될 수 있음을 알 수 있다.

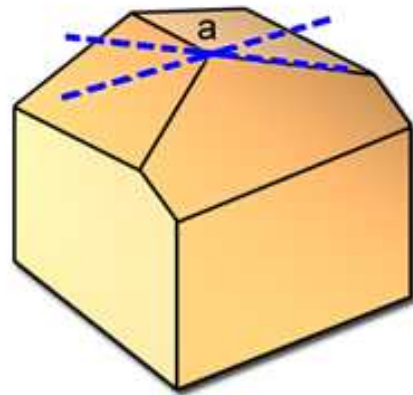


Figure 5.1 Nano indentation instrument & Berkovich indenter

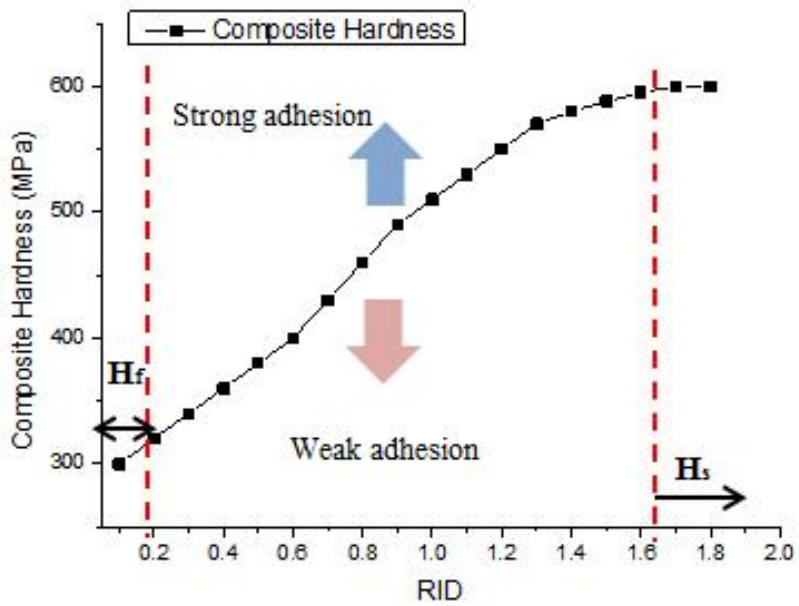


Figure 5.2 Expected RID vs Composite Hardness graph of soft thin film

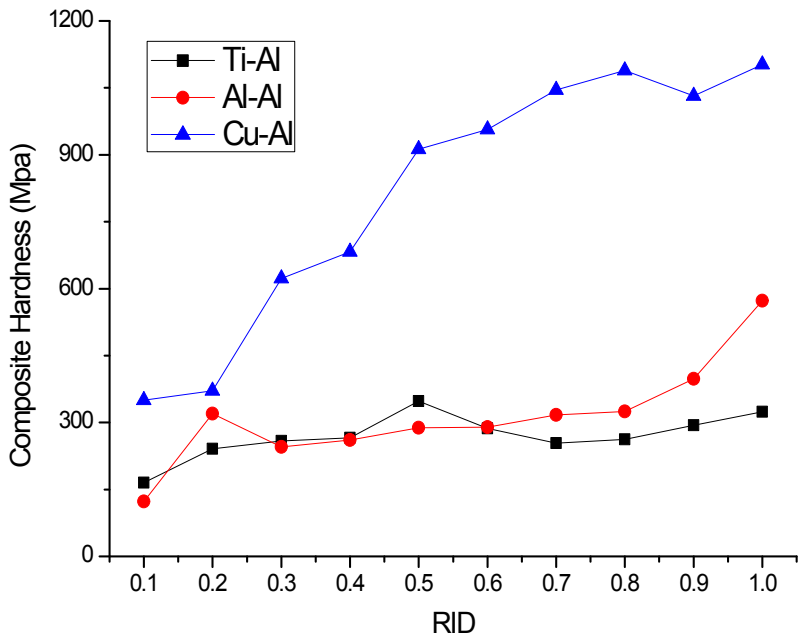


Figure 5.3 RID vs  $H_c$  graph of Al soft thin filmed composites

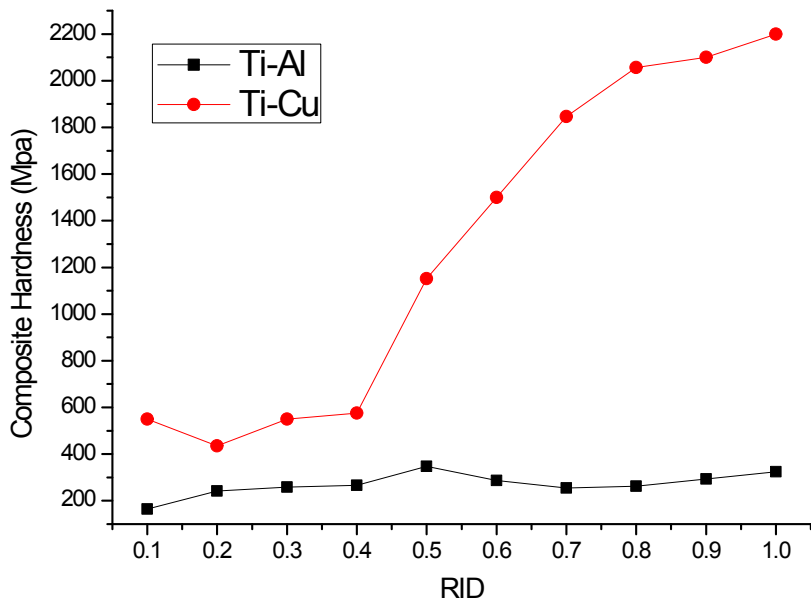


Figure 5.4 RID vs Hc graph of Ti hard substrated composites

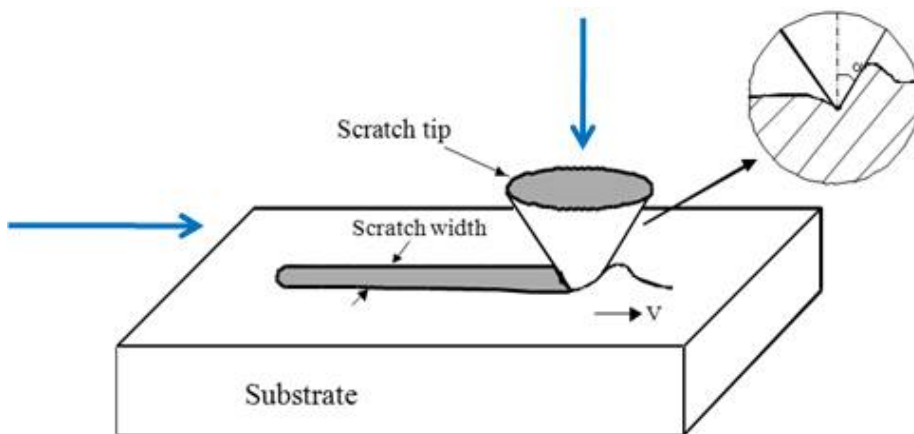
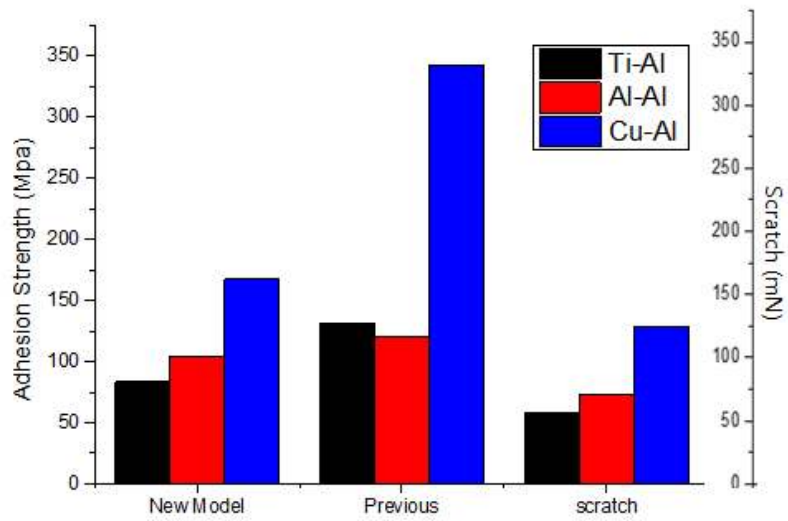


Figure 5.5 Figure of Scratch Test



**Figure 5.6** Qualitative comparison of adhesion strength for Al soft thin filmed composites



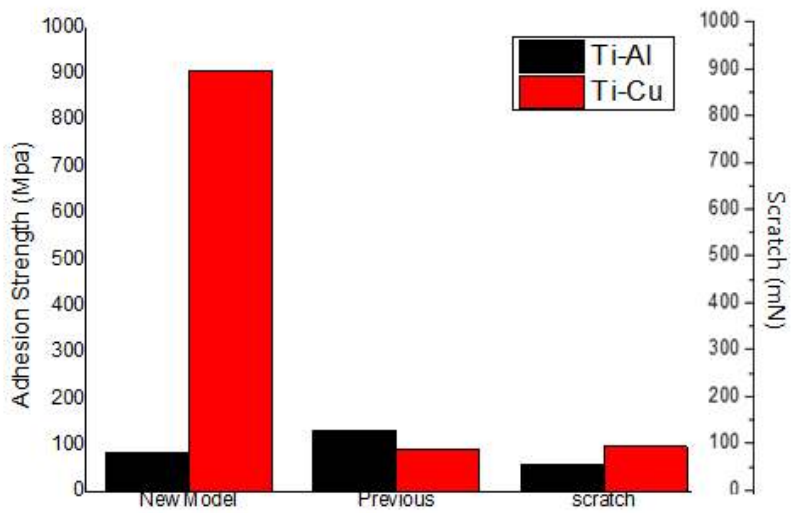


Figure 5.7 Qualitative comparison of adhesion strength for Ti hard substrated composites

RID	C (um)		C/C	F (mN)		F/F	X3	Adhesion (Mpa)
	Film	Subs		Film	Subs			
0.1	1.69	0.46	3.7	0.04	0.005	8.2	-	-
0.2	3.37	1.02	3.3	0.23	0.029	8.1	0.61	63.84
0.3	5.06	1.44	3.5	0.545	0.07	7.9	0.60	65.75
0.4	6.75	1.55	4.4	0.98	0.13	7.8	0.39	100.6
0.5	8.43	2.19	3.8	1.935	0.26	7.5	0.38	102.8
0.6	10.1	2.34	4.3	2.3	0.31	7.5	0.49	84.54
0.7	11.8	2.51	4.7	2.765	0.37	7.5	0.61	65.02
0.8	13.5	2.75	4.9	3.635	0.50	7.3	0.56	73.27
0.9	15.2	3.04	5	5.06	0.70	7.2	0.44	91.7
1	16.9	3.36	5	6.637	0.96	6.9	0.39	101.5
Average	-		4.3	-		7.6	0.50	83.22

Figure 5.8 Plastic zone radius and force ratio of film and substrate & indentation parameter, adhesion strength

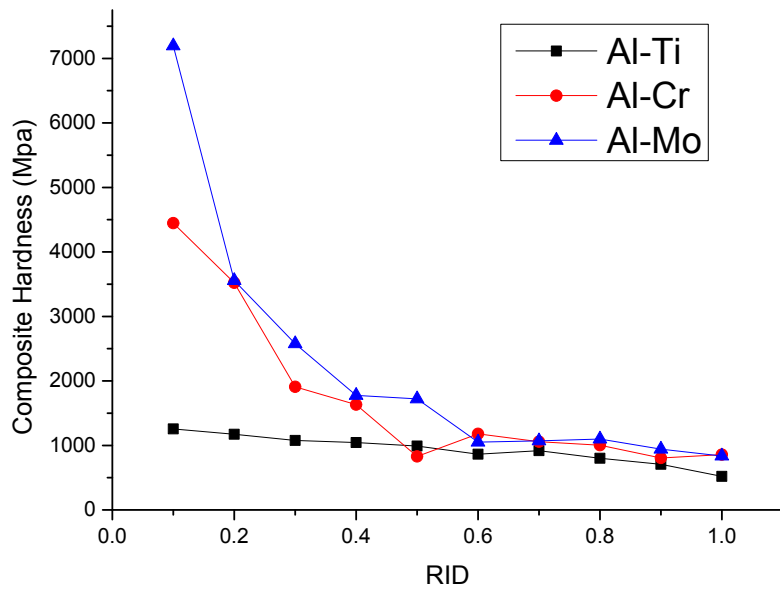


Figure 5.9 RID vs Hc graph of Al soft substrated composites

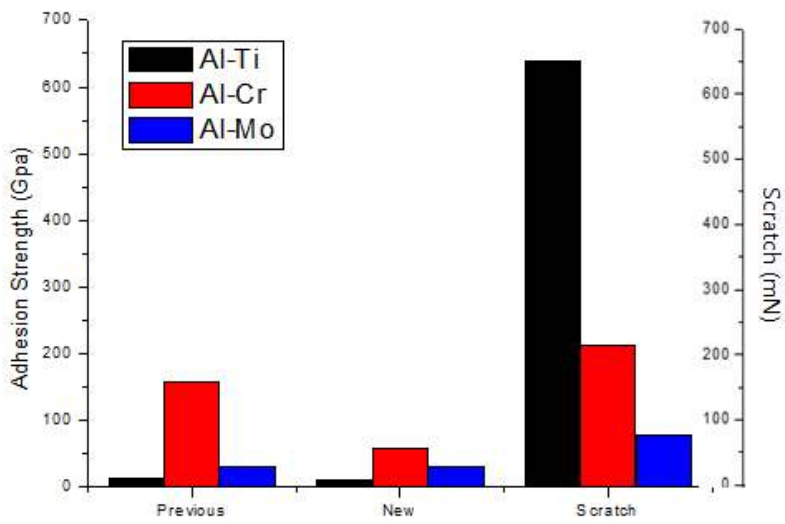


Figure 5.10 Qualitative comparison of adhesion strength for Al soft substrated composites

## 6. 결론

본 논문에서는 비파괴적인 방법으로 박막의 점착력을 측정하는 모델을 제시하였다. 이 모델은 기존 모델에서 전처리 공정 과정을 다르게 한 같은 재료에서의 점착력만 비교 가능했던 점을 보완할 수 있었다. 그를 위해서 연질 박막에서 압입자 하부에 수압 영역이 생긴다는 점에 착안하여, 해당 경우에 계면인자의 구성 요소인 기관의 소성변형역을 새로이 구하고자 하였다.

이를 같은 재료의 연질 박막+서로 다른 기관, 서로 다른 연질 박막+같은 기관, 경질 박막+서로 다른 기관으로 3가지 경우에서 기존 모델, 새로운 모델에서 각각 점착력을 구한 후에 스크래치 테스트와 비교 및 분석을 해보았다.

그 결과 서로 다른 기관에 같은 연질 박막을 증착한 경우에 본 모델을 사용하는 것이 적합하다는 것을 확인할 수 있었다. 박막을 다른 재료로 증착한 경우에는 스크래치 테스트와 경향성은 일치하였으나, 시험법과 모델의 한계로 많은 차이를 보였다.

또한 경질의 박막끼리 비교한 경우 두 모델 모두 스크래치 테스트와 큰 차이를 보였다. 이는 새로 제시한 모델과 기존 모델 모두 경질 박막, 다른 재료의 점착력을 측정하기에는 적합하지 않음을 의미한다.

그러므로 이 모델은 같은 연질 박막을 서로 다른 기관에 증착했을 때의 점착력 평가에 확인할 수 있다. 하지만 그 이외의 경우에는 응용하기 어렵다는 한계가 있다. 그리고 기존 모델에서 재료의 한계가 있었다는 점에서 벗어나, 서로 다른 재료에서도 비교가 가능하게 되었다는 점에서 의의를 가진다.

## 참고문헌

- [1] K.L.Mittal, Adhesion measurement of films and coatings. VSP, 71-72 (1995)
- [2] M.D. Kriese, W.W. Gerberich. J. Mater. Res. 14, 3007 (1999)
- [3] A.A. Volinsky, N.I. Tymiak, M.D. Kriese, W.W. Gerberich, J.W. Hutchinson, Mater. Res. Soc. Symp. Proc., 539. 277 (1999)
- [4] W.C.Oliver, G.M.Pharr, J. Mater. Res. 7, 1564 (1992)
- [5] W.C.Oliver, G.M.Pharr, J. Mater. Res. 7, 1506 (1992)
- [6] I.N.Sneddon, Fourier Transforms, McGraw-Hill, New York, (1951)
- [7] J.Malzbender, G. de With, J. Mer. Res.17, 502 (2002)
- [8] N.A.Stillwell, D.Tabor, Phys. Proc. Soc.78, 169 (1961)
- [9] K.L.Johnson, J. Mech. Phys, Sol.18, 115 (1970)
- [10] R.Hill. The Methemathical Theory of Plasticity, Clarendon Press, Oxford (1950)
- [11] X.-L.Gao, X.N.Jing, G.Subhash, Int. J. Solids Struct. 43, 2193 (2006)
- [12] S.V. Hainsworth, Surface and Coatings Technology, 163-164 (2003)

- [13] Chaiwut Gamonpilas, MSEA. 380 (2004)
- [14] H.Li, Scripta Materialia, 45 (2001)
- [15] J.H. Ahn, MSE, 285 (2000)
- [16] P.J.Burnett, D.S.Rickersby, Thin Solid Films, 154 (1987)
- [17] A.M.Korsunsky, M.R.Mcgurk, S.J.Bull, T.F.Page, Surface and coatings Tech. 99, 171–183 (1998)
- [18] D.Chicot, J.Lesage, Thin Solid Films 254 123–130 (1995)
- [19] D.E.Kramer et al, J. Mater. Res. 16 3151–3157(2001)
- [20] W.Zielinski, H.Huang, W.W.Gerberich, J.Mater.Res. 8 1300 (1993)
- [21] S.K.Kang et al, Int.J.Plasticity 49, 1–15 (2013)
- [22] M.C.Shae. The Science of Hardness Testing and its Research Application (J.H. Westbrook and H.Conrad Eds., American Society for Metals, Cleveland) (1973)

## Appendix

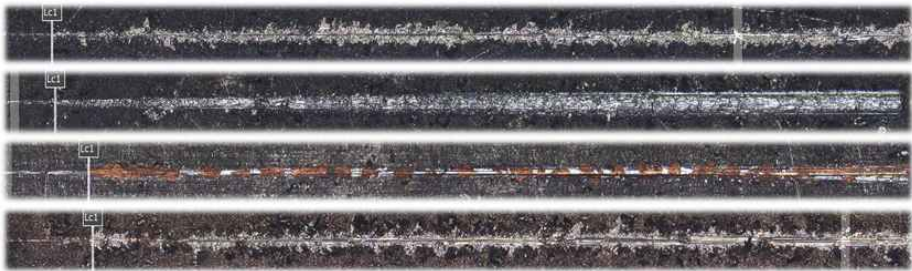


Figure A.1 Overall surfaces after the scratch test



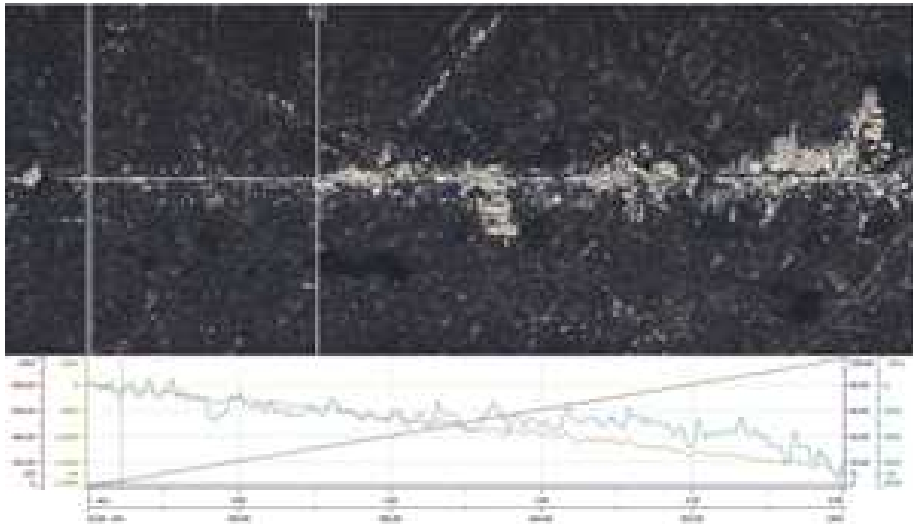


Figure A.2 Scratch test result of Ti-Al composite

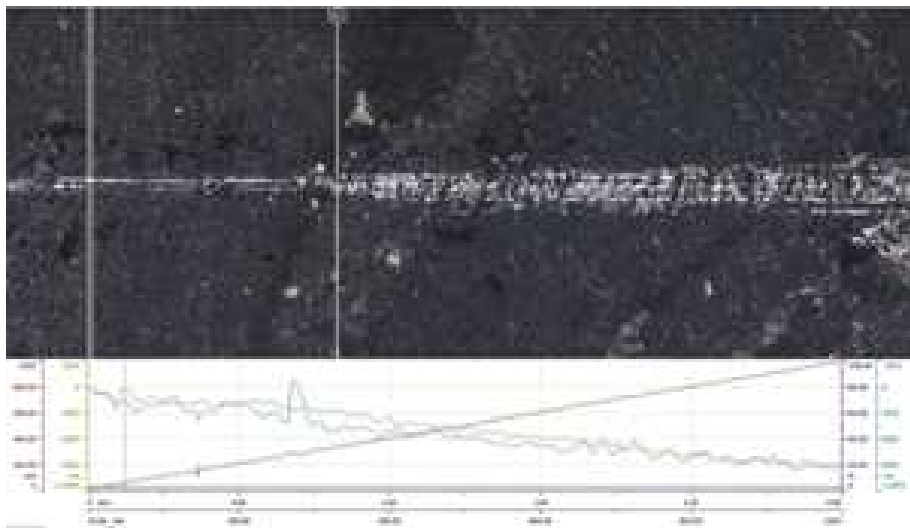


Figure A.3 Scratch test result of Al-Al composite

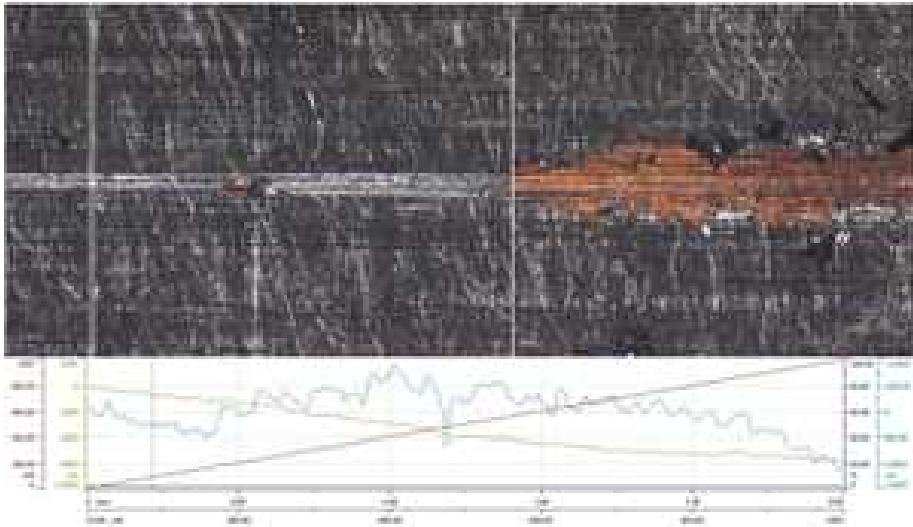


Figure A.4 Scratch test result of Cu-Al composite

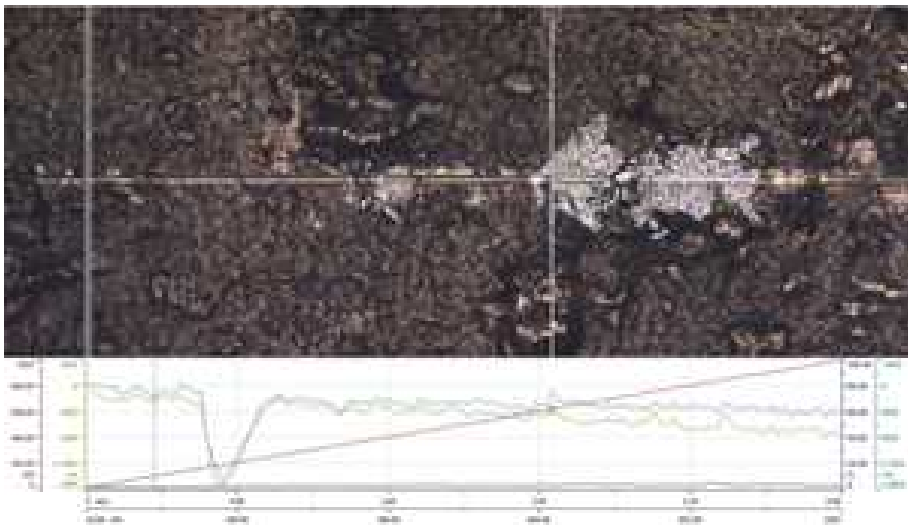


Figure A.5 Scratch test result of Ti-Cu composite

	<b>New model</b> (Mpa)	<b>Previous</b> (Mpa)	<b>Scratch test</b> (mN)
<b>Ti-Al</b>	83.2	130.6	58.0
<b>Al-Al</b>	104.5	120.6	73.7
<b>Cu-Al</b>	128.6	342.9	128.6

Table A.1 Adhesion values of each model for Al thin filmed composites

	<b>New model</b> (Mpa)	<b>Previous</b> (Mpa)	<b>Scratch test</b> (mN)
<b>Ti-Al</b>	83.2	130.6	58.0
<b>Ti-Cu</b>	905.21	90.9	96.2

Table A.2 Adhesion values of each model for Ti hard substrated composites

	<b>Previous</b> (Gpa)	<b>New Model</b> (Gpa)	<b>Scratch</b> (mN)
<b>Al-Ti</b>	12.4	9.4	639.1
<b>Al-Cr</b>	157.8	58.7	211.3
<b>Al-Mo</b>	30.0	31.2	78.3

Table A.3 Adhesion values of each model for Al soft substrated composites

[Abstract]

# Evaluating Adhesion of Soft Thin Films on Hard substrate using Indentation Test

Suh, Ju Yon

Department of Materials Science and Engineering

The Graduate School

Seoul National University

An artificial interface was constructed by bonding two different materials together. This resulted in the interface being relatively weaker as compared with the film and the substrate. The adhesion strength, which occurs from deposition, is one of the most important factors to evaluate the reliability of a thin-film system. The conventional methods to evaluate adhesion strength of thin films have used destructive tests. In this thesis, a new model is proposed based on the previous model, which makes the model more specific using a nano-indentation test as a non-destructive method.

In the previous model, the plastic zone of relatively softer material, which has lower hardness, is constrained by the adhesion force of the interface. To calculate the interface parameter, the plastic zone size of substrate and film, the hardness of the film, substrate, and composite are required. The adhesion strength can be evaluated from the equation from the values of the interface parameter and the hardness of the relatively soft material.

In this previous model, the adhesion strength could be qualitatively compared only between same composite materials. However, they could be manufactured from different manufacturing processes. But when different material composites compared, the previous model cannot be used, because it assumes that the plastic zone size of substrate directly depends on the indentation and does not consider the relation between the thin film and substrate at the composite situation.

In this thesis, a new method indirectly calculating the plastic zone of the substrate considering the composite situation, is proposed. This method is based on the theory that during the indentation process, hydrostatic pressure is produced when the thin film has a lower hardness than that of the substrate.

The different soft thin films deposited on the same substrate and the same soft thin-film material deposited on different substrates are constructed and compared with scratch tests as their reference. As a result, validity of the

proposed new model to qualitatively evaluate the adhesion strength of the deposited soft thin films on different substrated was verified. This model is unique since it overcomes the limitation of the conventional and previous models by its ability to compare the adhesion strength between different material composites.

Keyword : Adhesion, Soft thin film, Plastic zone size,  
Nano indentation, Interfacial constraint,  
Interface parameter

Student Number : 2015-20826