

## 반도체와 전자 부품에 사용되는 실록산 고분자 코팅물질의 흐름성 및 자기 퍼짐성 측정 시험장치 연구

김철현<sup>1,2</sup> · 조현모<sup>1</sup> · 이명의<sup>1</sup> ★

<sup>1</sup>연세대학교 과학기술대학 화학 및 의화학과, <sup>2</sup>장암칼스주식회사 기술개발본부  
(2012. 3. 14. 접수, 2012. 4. 5. 수정, 2012. 4. 5. 승인)

### Test tool for flow and self-leveling characters of coating materials of siloxane polymer used to semiconductor and electronic parts

Cheol Hyun Kim<sup>1,2</sup>, Hyeon Mo Cho<sup>1</sup> and Myong Euy Lee<sup>1</sup> ★

<sup>1</sup>Department of Chemistry and Medical Chemistry, Yonsei University, 1 Yonseidae-gil,  
Wonju, Gangwon-do 220-710, Korea

<sup>2</sup>Research & Development Division, CALS Corp. 123-63, Injusandan-ro, Inju-Myun,  
Asan-si, Choongchungnam-do 336-748, Korea

(Received March 14, 2012; Revised April 5, 2012; Accepted April 5, 2012)

**요약:** 반도체와 전자부품의 코팅제로 사용되는, 특히 LCD와 PDP 커넥터주위의 보호를 위해 사용되는 폴리실록산(시편)의 흐름성(flow) 및 퍼짐성(self-leveling)을 측정할 수 있는 시험 장치가 고안되었고, 점도가 각기 다른 실록산 폴리머 견본들을 이용하여 고안된 시험장치를 시험하였다. 이 장치를 사용하여 시편의 흐름성 및 퍼짐성을 측정된 결과, 이 장치가 점도를 통해 흐름성 및 퍼짐성을 예측하던 것을 대신 할 수 있다고 판단되었다. 특히, 흐름성이 적절히 조절되어야만 하는 LCD, PDP 및 반도체 커넥션 보호 코팅제의 특성 평가에 유용하게 활용될 것으로 기대된다.

**Abstract:** A test tool for self-leveling and flowing characters of coating materials used to semiconductors and electronic parts, especially for protection of LCD and PDP connectors, was designed, and the test tool was evaluated using polymeric siloxane coating materials which have various viscosities. The test results showed that the designed test tool was effective to measure self-leveling and flowing properties of coating materials. Therefore, considering that the viscosity is not directly correlated with self-leveling and flowing properties, we believe that this test tool will be a very useful tool for measurement instead of classical method using viscosities of coating materials. Particularly, the measurement of self-leveling and flowing properties using the test tool would be expected to be used in the area of selecting suitable protective coating materials for LCD (Liquid Crystal Display), PDP (Plasma Display Panel) and semiconductor connection parts.

**Key words:** self-leveling, thixotropy, test tool of flow and leveling of coating, siloxane polymer coating, semiconductor and electronic part protection

★ Corresponding author

Phone : +82-(0)33-760-2237 Fax : +82-(0)33-760-2182

E-mail : melgg@yonsei.ac.kr

### 1. 서 론

실록산 코팅 물질 중 축합 경화 반응형(condensation cure type)은 부가 반응형(addition or hydrosilylation cure type)과 비교하여 접착력이 우수하다는 장점이 있다. 이런 축합 경화형 실록산 코팅 물질은 공기 중에 노출되면서 경화가 시작되며, 표면 경화 시간(Tack Free Time, TFT)은 수 십분 이내이고, 적용 후에 약 한 시간 정도를 시료가 재질의 표면에서 흐르면서 퍼지게 된다.<sup>1,2</sup> 또한, 실록산 코팅 물질 중 부가 경화 반응형의<sup>3</sup> 경우는 경화를 위해 80~150 °C의 열을 필요로 하므로 축합 반응형<sup>4,5</sup> 보다 더 많은 텍소트로피성을 필요로 한다. 코팅 페이스트를 커넥터 부위에 적용하기 위해서는 페이스트가 연결 선 아래로 흘러 들어서 내부를 충전해야 하지만 흐름성이 큰 저 점도일 경우는 기관의 다른 부분이 오염되거나 불필요한 부위에 코팅 페이스트가 코팅될 수 있다.<sup>6,7</sup> 반면에 비흐름성 코팅 페이스트의 경우는 커넥터 내부가 미충전 상태로 되거나 예상 밖의 전기적 불량이나 문제가 발생될 수 있다. 따라서, 흐름성을 측정한다는 것이 전자 산업에서 불량 감소를 위해 매우 중요하다.<sup>8</sup> 불행히도, 대부분의 회사들은 흐름성,<sup>9,10</sup> 자기 퍼짐성<sup>11,12</sup> 및 텍소트로피<sup>13,14</sup> 특성들을(Fig. 1) 단순히 점도로 측정하고 있기 때문에 커넥터 표면 위에서의 흐름성과 자기 퍼짐성 특성을 평가하기에는 한계가 있었다. 이는 유동성의 한 특성인 점도는 흐름성과 자기 퍼짐성과는 동일한 특성이 아니기 때문이다.<sup>15-17</sup>

흐름성과 자기 퍼짐성 현상을 입증하기 위한 시험 장치는 오래 전부터 생산업체, 적용 업체, 품질 보증

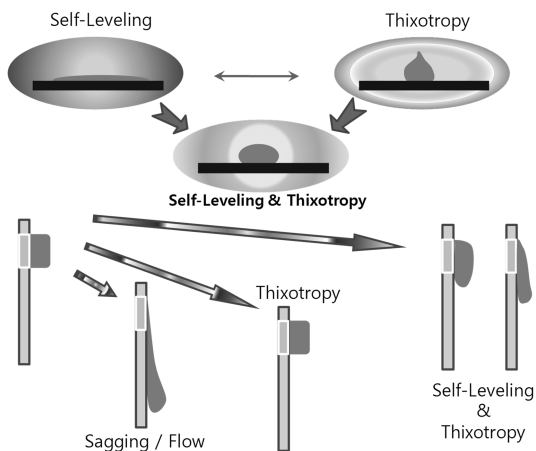


Fig. 1. Self-leveling and flow character, thixotropy characters.

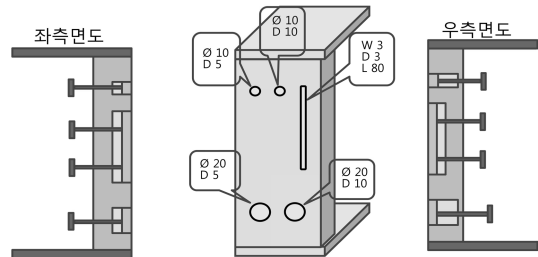


Fig. 2. Basic design of test tool for flow and self-leveling properties (Ø: diameter, W: width, D: depth L: length).

및 승인 등의 분야에서 매우 필요한 것으로 인식되어 왔다. 이런 문제인식하에 본 연구에서는 흐름성, 자기 퍼짐성 및 텍소트로피 특성 등을 측정 할 수 있는 시험 장치를 고안하였고(Fig. 2), LCD 및 반도체 절연 코팅 물질에 대하여 이 시험 장치를 적용하여 시험하였다.

### 2. 시험 장치 및 실험 방법

실록산 고분자로 만든 축합 경화 반응형의 코팅 제 품별 흐름성과 자기 퍼짐성을 고안된 시험 장치로 시험하였다.

시험 장치의 코팅 물질이 닿는 모든 표면은 폴리에틸렌으로 구성되었으며(테프론: Teflon, Poly Tetra Fluoro Carbon으로 된 Dupont사의 상품 명, 알루미늄, LDPE, HDPE 등도 가능), 고정 스텐드는 알루미늄으로, 밀고 당기는 버튼은 스테인레스로 구성되었다. 상기와 같은 재질은 시험되는 코팅물질에 따라 다르게 되며, 본 연구에서는 실록산 고분자를 사용하므로 재질이 쉽게 이행 되는 폴리에틸렌으로 하였다.

#### 2.1. 시험 장치의 고안

시험 장치의 재질은 폴리에틸렌으로 표면이 매끄럽게 처리되었으며, 장치의 전면에는 흐름성과 퍼짐성을 측정할 수 있는 구멍과 흡통으로 고안되어 있다. 장치의 후면에는 밀고 당기는 장치를 전면 표면의 높낮이를 정확히 맞출 수 있도록 나사 형으로 연결하였다. 시험장치에 대한 자세한 설명은 다음과 같다.

110 : 125×200×40 mm(가로×세로×높이).

160: 125×70×6 mm(가로×세로×두께).

120 : 시험 장치의 뒷면으로 튀어나온 밀고 당김 버튼(130, 140, 150)의 총칭.

130, 140과 150은 밀고 당김 버튼으로 구조는 Fig. 5에서 설명한다.

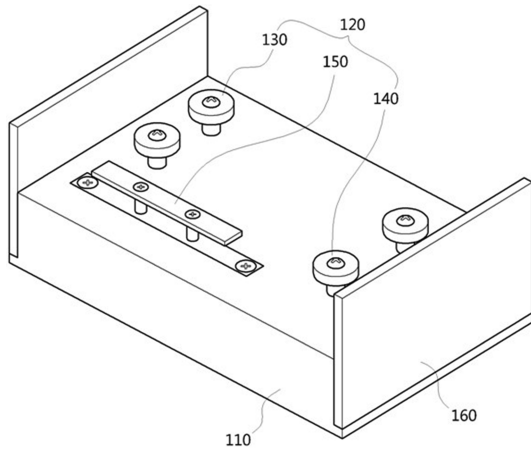


Fig. 3. Back side of test tool: push/pull buttons.

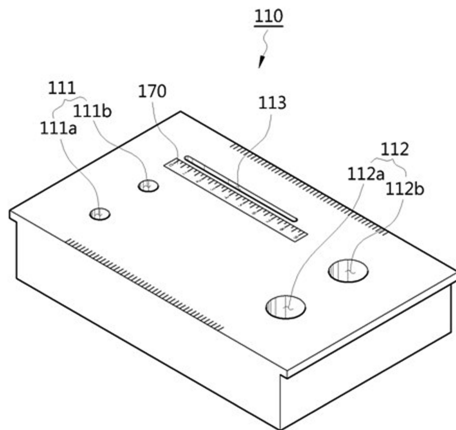


Fig. 4. Front side of test tool: holes and groove.

110 : 시험 장치의 전면에 위치한 측정을 위한 장치의 총칭

111: 흐름성 측정을 위한 시험 장치의 총칭. 흐름성 측정용 구멍인 111a는 직경 10×깊이 5 mm, 111b는 직경 10×깊이 10 mm 임.

112: 퍼짐성 측정을 위한 시험 장치의 총칭. 자기 퍼짐성 측정용 구멍인 112a는 직경 20×깊이 5 mm 이고, 112b는 직경 20×깊이 10 mm 임.

113: 흐름성 시험용 홈통, 가로 3×세로 80×깊이 3 mm 임.

흐름성이 매우 큰 물질의 경우 깊이 10 mm 의 측정 구멍으로는 변별력이 떨어지므로 깊이가 작은 5 mm 측정 구멍을 통해 시험할 수 있다.

130, 140 및 150으로 구성된 120은 밀고 당김 버튼이다.

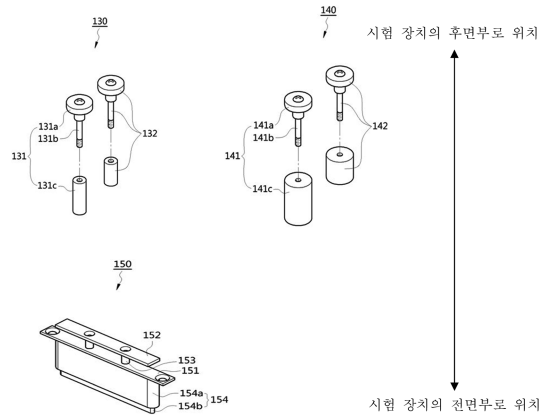


Fig. 5. Detailed structure of push/pull buttons.

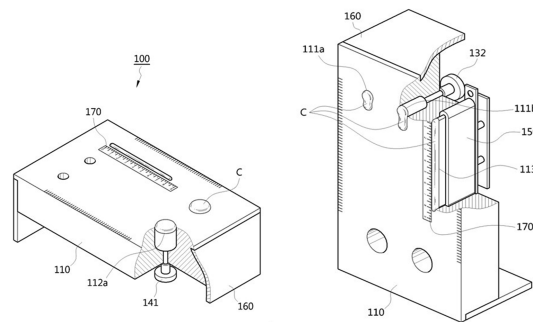
Fig. 6. Whole drawing of test tool, left: self-leveling test using  $\text{O}20 \times \text{depth } 5 \text{ mm}$ ,  $\text{O}20 \times \text{depth } 10 \text{ mm}$ , right: flowing test using  $\text{O}10 \times \text{depth } 5 \text{ mm}$  and  $\text{O}10 \times \text{depth } 10 \text{ mm}$ , flowing test using  $3 \times 3 \times 80 \text{ mm}$  groove.

Fig. 5의 130은 131과 132로 구성되었다. 131은 131a, 131b, 131c, 구성되었으며, 132도 동일한 형태이다. 131a와 131c의 재질은 폴리에틸렌이고 131b는 스테인레스로 10×10 mm 구멍으로 연결되는 나사형이다. 132는 10×5 mm 구멍으로 연결된다.

141과 142는 130과 동일한 구성이며 20×10와 20×5 mm 구멍으로 연결된다.

151, 152 및 153은 스테인레스 스틸로 구성되었고, 154는 폴리에틸렌으로 코팅의 흐름성 시험용 홈통을 형성하며 즉, connecting wire 또는 lead frame 부분에 코팅된 물질을 세로로 세워 경화될 때까지 흐름이나 퍼짐을 확인하기 위해 구성되었다.

Fig. 6은 이 시험 장치의 전체 모형도이다.

## 2.2. 측정 방법 및 실험 내용

흐름성은 본 시험 장치 직경 10×깊이 10 mm 구멍을 수직으로 세워서 한 시간 동안 측정하였다. 시험장

치를 수평으로 놓은 상태에서, 구멍에 연결된 버튼을 뒤로 정해진 자리까지 빼내고 시편을 구멍에 충분히 채우고 스크래퍼로 잔여 부분을 제거한 후, 시험 장치를 수직으로 세워 구멍에 연결된 버튼을 끝까지 전면으로 눌러, 시편이 표면위로 완전히 돌출되도록 하여 측정하였다. 자기 퍼짐성은 앞의 방법과 유사하게 직경 20×깊이 10 mm의 구멍으로 시편을 채우고 스크래퍼로 잔여 부분을 제거한 후, 수평인 상태에서 버튼을 전면부로 눌러 올려 시편이 표면위로 완전히 돌출되도록 하여 한 시간 동안 자기 퍼짐성을 측정하였다. 또 다른 흐름성 측정은 깊이 3×폭 3×길이 80 mm의 흐름성 시험용 홈통으로 공기 중 상온 상태에서 한 시간 동안 시험하였다(Ref. ASTM D 2556-93a: 건축용 쉘링재의 sagging 특성 측정법). 앞의 흐름성 측정 방법과 유사하게, 시험장치를 수평으로 놓은 상태에서, 홈통에 연결된 버튼을 뒤로 정해진 자리까지 빼내고 시편을 홈통에 충분히 채우고 스크래퍼로 잔여 부분을 제거한 후, 시험 장치를 수직으로 세워 홈통에 연결된 버튼을 끝까지 전면으로 눌러, 시편이 표면위로 완전히 돌출되도록 하여 측정하였다.

표면 경화시간(TFT)은 공기 중 상온에서(상온은 25±2 °C/50±5% 상대 습도의 상태를 의미함) 표면 경화 속도를 의미하며 각 견본의 반응성의 차이를 확인하기 위해 실시 하였다(Ref. ASTM C 679-03: 상온 경화형 코팅제의 표면 접촉 시 접촉면이 떨어져 나오지 않는 경화 시간 측정법).

접착제의 점도는 Brookfield 점도계로 공기 중 상온에서 HAT 형 점도계로 스피들 #5를 이용하여 10 rpm으로 측정하였다.

압출성(extrusion rate)은 4 mm 주사기 노즐로 6 kgf/cm<sup>2</sup>의 공기압으로 측정하였다(Ref. ASTM C 1183-04).

본 시험 장치를 시험하기 위해 SILCA T-514, SILCA S-31, SILCA D-32 및 KE-45를 시편으로 사용하여 각각의 특성을 비교하였다. KE-45는 Shin-Etsu사의 탈

옥심 경화형의 산업용 실리콘 접착제로 비 흐름성 페이스트 상이다. SILCA T-514, S-31, D-32는 장암칼스(주)의 제품으로, SILCA T-514는 탈 옥심 경화형의 흐름성 접착제이며, SILCA S-31과 D-32는 탈 알코올 경화형의 흐름성이 조절된 실리콘 접착 코팅제이다.

각 견본에 대하여 특성을 ASTM, JIS 및 KS에 근거하여 비교 실험하였다.

### 3. 실험 결과 및 고찰

견본들의 표면 경화 시간은 경화 시스템에 따라 8분 또는 25분으로 유사하였으며, 견본의 반응성은 탈 알코올 형(SILCA S-31, D-32)이 탈 옥심 형(SILCA T-514)보다 3배정도 빠르게 나타났다.

제품의 점도는 KE-45의 경우, 점도를 측정할 수 없는 비 흐름성이고, SILCA T-514는 44,000 cSt., SILCA S-31은 48,000 cSt., SILCA D-32는 43,500 cSt. 로 큰 차이 없이 나타났다. SILCA S-31은 T-514보다 흐름성이 작아 점도가 높을 것으로 예상했지만, SILCA T-514보다 약간(9.1%) 높은 점도(48,000 cSt)를 나타내었다(Fig. 7).

압출성 측정에서는, KE-45는 280 g/min, SILCA T-514는 > 450 g/min 값으로 큰 차이를 나타내었다.

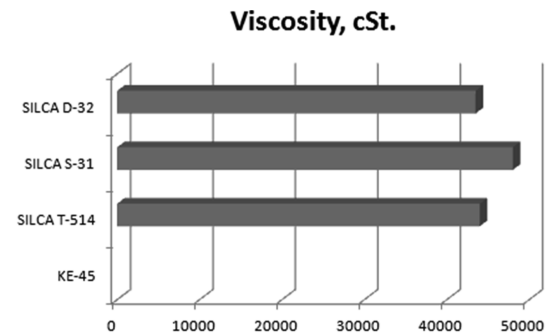


Fig. 7. Comparison viscosity of samples.

Table 1. Test results of the samples

Test Item	KE-45	SILCA T-514	SILCA S-31	SILCA D-32
Tack Free Time, min	25	25	8	8
Viscosity, cSt	-	44,000	48,000	43,500
Extrusion rate, g/min	280	450	276	293
Flow in hole, mm	0	110	25	42
Self-leveling, mm	0	20	6	10
Flow in groove, mm	0	23	0	0

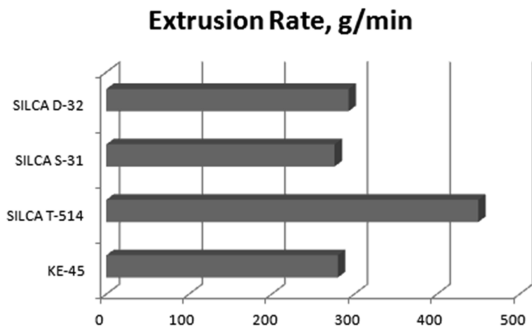


Fig. 8. Extrusion rate of samples, g/min @4 kgf/cm<sup>2</sup>, 4 mm nozzle.

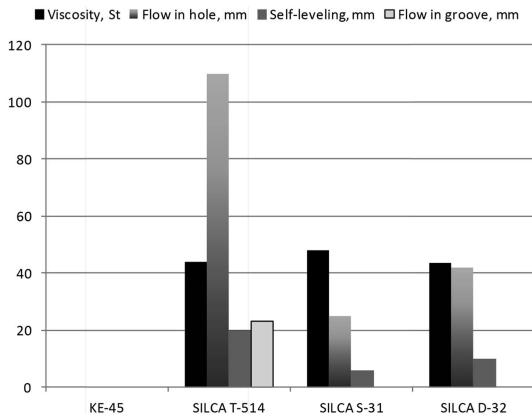


Fig. 9. Comparison of viscosity / Flow in hole / Self-leveling / Flow in groove of samples.

SILCA T-514의 경우에는 측정 장치의 잔류 압력에 의해 빠르게 지속적으로 흘러내리는 관계로 정밀한 측정이 어려웠다(Fig. 8).

흐름성과 퍼짐성은 각각의 시편마다 큰 차이를 보여주었다. KE-45는 흐름성과 퍼짐성이 없었고, SILCA T-514는 110 mm 흐름성과 20 mm 퍼짐성을 나타내었고, SILCA S-31은 25 mm 흐름성과 6 mm 퍼짐성을 보였고, SILCA D-32는 42 mm 흐름성과 10 mm 퍼짐성을 나타내어 점도와 압출성의 차이로는 흐름성과 퍼짐성을 예측할 수 없음을 알게 되었다(Fig. 9). 점도가 44,000 cSt인 SILCA T-514는 이보다 점도가 낮은 43,500 cSt인 SILCA D-32보다 흐름성과 퍼짐성 및 흡통 흐름성 시험에서 더 많이 흐르고 퍼지는 것으로 나타났다. 따라서, 본 실험 장치가, 일정한 흐름성과 퍼짐성을 필요로 하는 반도체와 전자부품의 코팅제로 사용되는 물질의 특성을 판단하는 데는 점도나 압출성을 가지고 판단하는 것보다 훨씬 적합한 것으로 판단되었다.

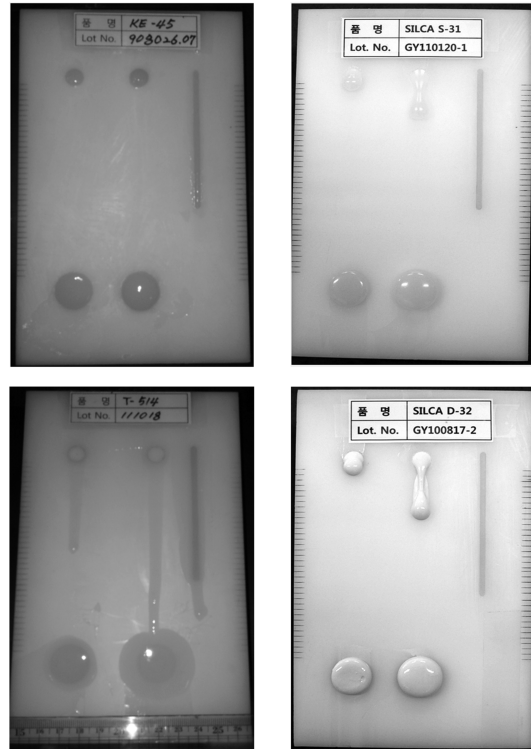


Fig. 10. Flow tests and self-leveling test of the samples.

흐름성 흡통 시험에서는 SILCA T-514만이 23 mm 흐름성을 보여주었으며, 이러한 모의 시험을 통해 실제 반도체 및 전자부품 코팅 과정에서의 과도한 흐름성과 퍼짐성으로 인한 불량 발생을 예방할 수 있을 것으로 판단하였다(Fig. 10).

#### 4. 결 론

반도체와 전자부품의 코팅제로 사용되는 폴리실록산(시편)의 흐름성(flow) 및 퍼짐성(self-leveling)을 측정할 수 있는 시험 장치를 고안하였고, 점도가 각기 다른 견본들을 사용하여 고안된 시험장치를 시험하였다. 그 결과, 이 장치를 이용하여 시편의 흐름성 및 퍼짐성 측정을 할 수 있었고, 점도를 통해 흐름성 및 퍼짐성을 예측하던 것을 대신하여 활용할 수 있다고 판단하였다. 특히, 흐름성이 적절히 조절되어야만 하는 LCD, PDP 및 반도체 커넥션 보호 코팅제의 특성 평가에 활용될 것으로 기대되며, 또한 이 시험 장치는 코팅 유동성의 정의, 코팅 검증, 품질 관리 및 생산 응용 부분에 매우 유용하게 활용될 것이다. 이 장치가

많은 연구자와 산업체들이 흐름성과 자기 퍼짐성 또는 텍소트로피성 물질의 특성을 파악하는데 활용하는 장치가 되기를 바라고, 업체간 표준 시험 장치로 사용되기를 희망한다.

### 감사의 글

이 보고서는 과제 번호 10031935 ‘LCD 및 반도체 소자 보호용 Self-Leveling 실리콘 보호 코팅제 개발’ 과제로 지식 경제부의 지원을 받아 장암칼스주식회사(구, 장암엘에스 주식회사)와 연세대학교에서 2008년 12월 1일부터 시행해온 연구의 결과물 중 하나이며, 관련된 모든 분들께 감사 드린다.

### 참고문헌

1. 김철현, 이명의, 대한민국 특허 출원번호 10-2011-0022216.
2. C. H. Kim, W. O. Cho, M. E. Lee and H. M. Cho, *The 1<sup>st</sup> International Symposium on Applied Silicon Chemistry*, Yonsei University Advanced Silicon Center, Abstract, 22, Wonju, Republic of Korea (2010).
3. 김철현, 김기영, 대한민국 특허 등록번호 10-0982161.
4. 김철현, 이명의, 대한민국 특허 출원번호 10-2010-0001308.
5. 김철현, 이명의, 대한민국 특허 출원번호 10-2011-0007098.
6. L. J. Mathew, US Patent 6,357,763.
7. B. J. Liao, US Patent 7,268,850.
8. R. Everaers, S. K. Sukumaran, G. S. Grest, C. Svaneborg, A. Sivasubramanian and K. Kremer, *Sci.*, **303**(5659), 823-826 (2004).
9. D. Doraiswamy, *The Origins of Rheology: A Short Historical Excursion*. Dupont iTechnologies, Experimental Station, Wilmington, DE, USA 19880-0334.
10. M. I. Ojovan and W. E. Lee, *J. Appl. Phys.*, **95**(7), 3803-3810 (2004).
11. R. H. Doremus, *J. Appl. Phys.*, **92**(12), 7619-7629 (2002).
12. R. P. Chhabra and J. F. Richardson, ‘Non-Newtonian Flow in the Process Industries’, 6-33, Butterworth-Heinemann, MA, U.S.A., 1999.
13. A. Fluegel, *Glass Technol.: Eur. J. Glass Sci. Technol. A*, **48**(1), 13-30 (2007).
14. R. B. Bird, R. C. Armstrong, and O. Hassager, ‘Dynamics of polymeric Liquids’, 2<sup>nd</sup> Ed., Vol. 1, 153-189, John Wiley and Sons, New York, U.S.A., 1987.
15. F. Y. Hsu, US Patent 7,787,094.
16. D. C. Peacock and R. Marrett, *J. Struct. Geology*, **22**, 1369-1378 (2000).
17. P. J. Davis, and B. D. Todd, *Intern. J. Thermophy.*, **19**(4) 1063-1072 (1998).