

나노 공정 개발을 위한 기계적 물성 측정 기법

이학주[†]·최병익*·김완두*·오충석***·한승우*·
허 신**·김재현*·고순규*·안현균***

Measurement Techniques of Mechanical Properties for Development of Nano Fabrication Process

H. J. Lee[†] B. I. Choi*, W. D. Kim*, C. S. Oh***, S. W. Han*,
S. Hur**, J. H. Kim*, S. G. Ko*, H. G. Ahn***

Key Words : Nano-indentation(나노 압입), Micro-tensile test(미소인장시험), Visco-elastic properties(점탄성 물성), Friction(마찰), Adhesion(접합)

Abstract

There are many applications of nanostructures, have been suggested by lots of researchers. It is highly required to measure the properties of nano-sized materials for design and fabrication of the nanostructures. In this paper, several techniques for measuring the mechanical properties of nano-structures are presented laying emphasis on the activity of Nano Property Measurement Team in KIMM. Some advanced applications of nano-indenter are described for measuring elastic, visco-elastic, frictional and adhesive properties as well as the standard methods of it. Micro-tensile test technique with accurate in-plane strain measurement method is also presented and its role in the property measurement of nanostructures is discussed.

1. 서 론

거시적(bulk) 재료의 기계적 물성 값을 측정하는 이론과 방법은 오랜 기간 축적되어 이미 표준화가 되어 널리 쓰여지고 있다. 최근 반도체 공정 기술의 발전과 함께 나노(nano) 단위의 특성 길이를 가지는 구조물의 제작이 이루어지고 있다. 나노 단위의 구조물은 그 기계적 거동이 거시적인 구조물의 기계적인 거동과 상이하며, 측정 기법과 시험 절차에 있어서도 새로운 기술이

도입되어야 한다. 특히 나노 단위 구조물의 제작과 응용에 있어서, 기계적 물성 및 내구성에 관한 연구가 부족함에 따라 제작 공정과 제작 장비의 개발에 큰 문제점이 되고 있다.

나노 단위 구조물이란, 미국 NSTC[1]의 “National Nanotechnology Initiative”에 기술된 바와 같이 구조물의 최소 특성길이가 100nm이하인 구조물로 이해할 수 있다. 2002년 가을부터 21세기 프론티어 사업의 하나로 진행 중인 “나노 메카트로닉스 기술 개발 사업”에서는 이러한 나노 단위 구조물을 저렴하게 대량으로 제조/응용하는 기술을 개발하고 있다. 본 논문에서는 이 “나노 메카트로닉스 기술 개발 사업”에 참여하여 나노 물성 측정에 관련된 연구를 수행하는 한국기계연구원의 연구 내용이 소개된다. 먼저, 수 μm 에서 수백 nm의 특성 길이를 가지는 구조물에 대한 기계적 물성 측정 기법을 중점적으로 다루며,

[†] 한국기계연구원 마이크로응용역학그룹

E-mail : hjlee@kimm.re.kr

TEL : (042) 868-7633 FAX : (042) 868-7884

* 한국기계연구원 마이크로응용역학그룹

** 한국기계연구원 신교통시스템그룹

*** 금오공과대학교 기계공학부

100nm이하의 구조물에 대한 적용성을 검토한다.

2. 미소재료 물성측정법의 현황 및 개요

미소재료의 물성은 측정은 나노인덴터의 개발로 최근 매우 활발하게 측정되고 있다. 그러나 측정 결과 값의 비교에 있어 실험자의 시험장치와 시험재료의 영향, 또한 시험방법에 따른 차이가 매우 크게 보고 되고 있다. 결과의 해석에 있어서도 광범위하게 적용되는 이론보다는 각 재료에 따른 실험식이 적용되는 경우가 많다.

Oliver와 Pharr[2]는 Berkovich tip을 이용한 나노인덴터를 이용해서 탄성계수, 경도, 파괴인성 등을 측정하는 방법을 제시했고, Gerberich와 Li 등[3]은 $2\mu\text{m}$ 두께의 다중박막 시험편에 대한 기계적 물성과 계면파괴를 통한 파괴인성치를 측정했다. Karimi 등[4]은 $1\mu\text{m}$ 의 박막의 압입깊이에 따른 경도의 변화를 통해 Substrate와 박막간의 영향을 실험식으로 제시하였다. 스크래치시험에 있어서는 Jardret 등[5]은 Berkovich 압자를 이용해서 polymer와 elastomer에 대한 스크래치 경도와 마찰계수를 측정했고, Martinu 등[6]은 Spherical 압자를 이용해 Si_3N_4 와 SiO_2 박막이 손상되는 하중과 스크래치 경도간의 관계를 실험했다. 인덴터를 이용한 방법 이외에도 Micro-tensile tester에 ISDG, ESPI나 모아레를 이용한 간접계 방식의 변위측정법이나 Dual microscope를 이용한 직접 측정법이 연구되고 있다. 또한 MEMS공정을 이용하여 제작된 Actuator(예를 들어 Comb drive)를 이용하여 MEMS공정용 미소재료의 물성측정을 수행하는 연구도 진행 중이다.

나노단위 재료의 물성 측정은 아직은 경험적인 요소와 시험방법이나 장치의 영향이 매우 크게 나타나고 있으며, 표준적인 시험과 시험편의 제작이 가장 시급한 문제이다.

3. 나노인덴터를 이용한 물성측정

일반적인 인덴터는 약 100여년간 재료의 경도 측정에 대부분 사용이 되어 왔다.[7] 최근에는 인덴터의 성능을 개선시켜 하중과 압입변위를 통해 작은 단위의 재료의 기계적 물성을 측정하는 방법이 사용되고 있다.[8] 기존의 인덴터가 대부분 경도측정에 국한 되는데 반해, 새롭게 개발된 나노인덴터는 압입하중과 압입깊이를 고 분해능으로 측정할 수 있도록 제작되어, 경도와 탄성계수를 측정하고, 잔류응력, 파괴인성, 강도 등을

측정하는 데에 응용되고 있다.

3.1 나노인덴터의 구조

나노인덴터는 정교하게 가공된 압자(Indenter)를 시험편 표면에 눌러 생기는 반발력과 압입 깊이를 측정해서 압흔면적을 계산하고, 이로부터 시험편의 탄성계수와 경도를 측정할 수 있다. 또한 시험편을 압자로 누른 상태에서 시험편을 평면방향으로 이동시킴으로써 생기는 스크래치시험을 통해 마찰력과 마찰계수를 측정한다.

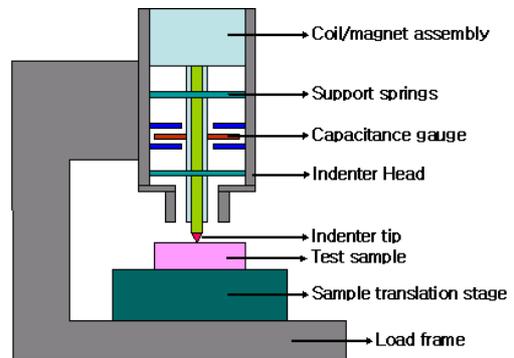


Fig. 1 Schematic of Nanoindenter[10]

나노인덴터에서 압자는 가장 상부에 위치한 Coil/magnet assembly부분에서 구동되며 이때 가해진 전기적 신호로부터 하중을 계산하며, 중간부에 위치한 Capacitance gage에서 압자의 상하변위를 측정한다. Lateral force는 인덴터 헤드 측면에 부착된 레이저센서에서 측정된다. 본 연구원에서 보유하고 있는 나노 인덴터는 MTS사의 Nano Indenter XP 모델이다.

3.2. 나노인덴터를 이용한 표준시험법

3.2.1. 압입시험

가장 일반적으로 많이 사용되는 방법으로 시험편의 경도와 탄성계수를 측정할 수 있다. 압입 깊이에 따른 시험편의 경도와 탄성계수를 측정하며, 압자의 Area function calibration을 위한 자료를 얻을 수 있다. 압입시험은 여러 위치를 선정하여 반복 시험한다.

시험에 있어 압자가 시험편 표면에 접근하는 속도와 압입속도, 최대 압입깊이 등을 선정해야 하며 압입깊이는 보통 Substrate의 영향을 받지 않도록 박막 두께의 10%를 넘지 않도록 한다. 또한 시험편의 압입깊이에 따른 경도와 탄성계수의 변화도 측정이 가능하며, 여러 위치를 시험하

여 시험편이나 박막의 균질도를 간접적으로 평가할 수 있다. 이때 시험편이나 박막의 표면은 거칠지 않아야 하며 불순물이 부착되거나 함유되어서는 안 된다.

인덴터를 이용한 물성측정에 있어서 Oliver와 Pharr[2,9]는 제하(unloading) 곡선에서 최대 변위와 시험이 끝난 후 생기는 변위에 대해 광범위하게 적용되는 식을 제시했다. P 는 하중, h 는 하중에 따른 변위, h_f 는 최종 시험 후 생긴 변위이다. B 와 m 은 곡선회귀변수이다.

$$P = B(h - h_f)^m \quad (1)$$

제하시의 Stiffness, S 는 식 (1)을 미분해서 얻어진다. 이때 최대하중에서 전개하면, $h = h_{max}$ 로 변환된다.

$$S = -\frac{dP}{dh}(h = h_{max}) = mB(h_{max} - h_f)^{m-1} \quad (2)$$

압입 시험에 있어서 측정되는 결과는 경도와 탄성계수이다. 경도 H 의 측정은 압입시험시 하중 P 를, 압자가 시험편 표면에 압입된 표면적이 A 로 나눈 것이다.

$$H = P_{max} / A \quad (3)$$

탄성계수는 인덴터 압자의 형상과 Stiffness, 압입된 표면 넓이로 다음과 같이 계산될 수 있다.

$$E_{eff} = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A}} \quad (4)$$

여기서 β 는 인덴터의 형상계수로 Berkovich 압자의 경우 1.034의 값을 갖는다. E_{eff} 는 시험편과 다이아몬드 압자 사이의 유도탄성계수이므로 다이아몬드의 물성을 알면 시험편의 탄성계수를 구할 수 있다.

MTS Nano Indenter XP에는 CSM(Continuous Stiffness Measurement)기능을 제공하고 있다. 기존 인덴터는 제하 곡선을 이용해서 Stiffness를 결정하는 방식인데 반하여, CSM은 일정 주파수(보통 45Hz)와 진폭(보통 2nm)으로 인덴터를 가진시키면서 압입시험을 수행하고 시험편의 동적응답특성으로부터, 시험편의 Stiffness를 연속적으로 측정하는 방식이다[10].

그림 2와 3의 결과는 공주대학교에서 제작한 2 μ m 두께의 TiN 박막을 나노인덴터로 실험한 결과이다. 압입깊이 90nm에서 190nm까지의 값을 평균했을 때, 탄성계수는 평균 304GPa, 경도 23GPa로 측정되었으며, 포아송비는 0.25로 가정하였다.

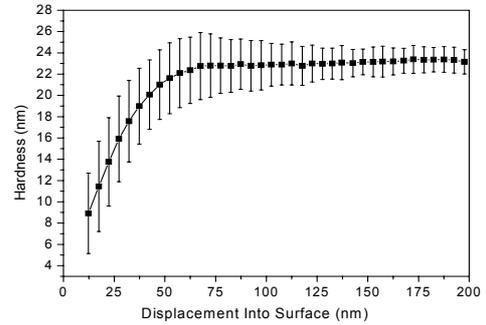


Fig. 2 Hardness of TiN thin film measured by nano-indentation

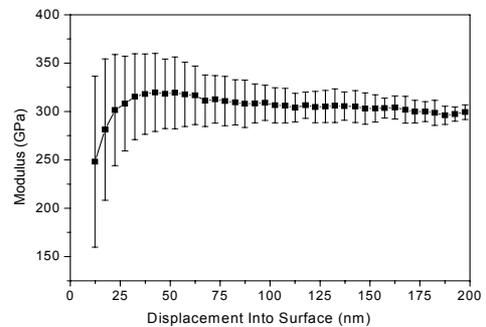


Fig. 3 Modulus of TiN thin film measured by nano-indentation

3.2.2. 스크레치(scratch)시험

스크레치시험법은 시험편과 압자사이의 마찰계수와 마찰력을 측정하며, 정성적인 박막의 접착력과 마모 특성을 얻을 수 있다. 스크레치시험 중에는 압자가 쉽게 손상되므로 경도가 높은 시험편은 함부로 시험을 하지 않는다. 또한 인덴터의 Lateral force 용량을 초과하는 하중이 가해지지 않도록 시험을 설정해야 한다.

스크레치시험은 크게 세 단계를 거쳐 시험을 수행한다. 먼저 스크레치시험에 앞서 박막에 일정하중으로 제어하면서 그때의 변위를 측정하고, 표면의 Profile을 측정한다. 두 번째로 스크레치시험에 들어가서 최대 스크레치 하중까지 수직하중을 선형적으로 증가시키면서 시험을 수행한다. 이때의 스크레치 속도나 스크레치 거리등을 산정해서 미리 선택한다. 이때의 Normal load와 Lateral, Tangential load를 측정한다. 마지막으로 다시 스크레치시험을 거친 박막표면의 Profile를 다시 측정한다.[10]

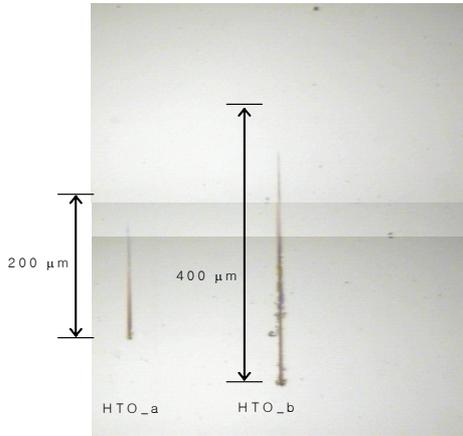


Fig. 4 Scratch patterns on HTO thin film

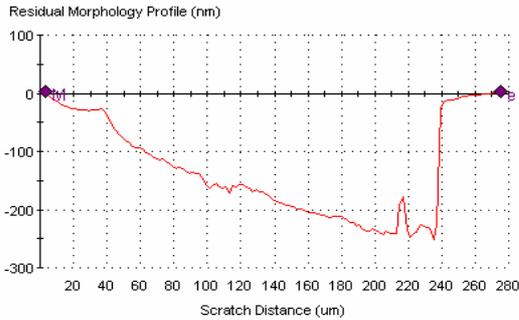


Fig. 5 Surface profile of HTO_a after scratch test

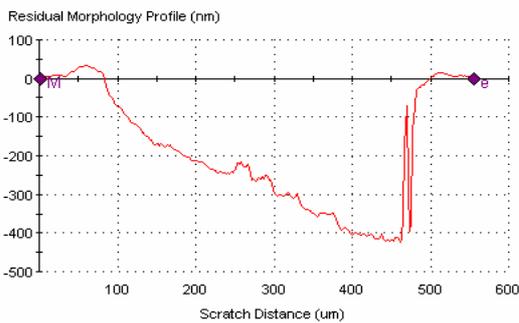


Fig. 6 Surface profile of HTO_b after scratch test

HTO(High Temperature Oxide)를 나노인덴터를 이용하여 2회의 스크레치시험을 수행하였다. Substrate는 Si Wafer를 이용하였고, 두께는 150nm로 제작하였다. 스크레치시험시 속도는 10 μm/s로 최대 하중은 HTO_a는 50mN, HTO_b는 100mN이다. 그림 5와 6은 스크레치테스트를 수행한 인덴터 tip을 통한 HTO박막의 profile 형상

이다.

3.3. 나노인덴터를 이용한 응용시험법

나노인덴터를 이용한 나노 단위 시험편의 물성 측정은 단순한 압입시험과 스크레치시험으로 제한되어 측정 물성이 제한되어 있고, 정성적 시험 결과라는데 큰 약점이 있다. 이러한 단점을 보완하기 위한 방편으로 여러 응용시험법이 제안되거나 수행중이다. 이러한 시험들은 정량적인 결과를 도출할 수 있지만, 대부분 시험편 제작이 어려운 난제를 안고 있다.

3.3.1. 굽힘 시험

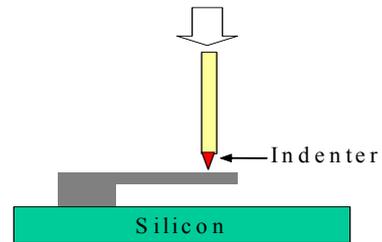


Fig. 7 Schematic of bending test using nano-indenter

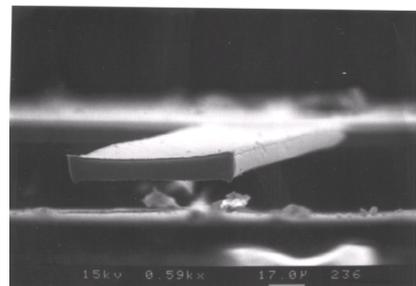


Fig. 8 SEM image of Nickel beam specimen

한국과학기술원(KAIST) 기계공학과에서 MEMS 공정을 이용하여 제작된 Nickel micro beam 시험편을 이용하여, 나노인덴터에서 굽힘 시험을 수행하였다. Nickel beam의 두께는 11.6 μm~12.5 μm, 폭은 139 μm, 길이는 485 μm이다.

측정된 탄성계수는 Nickel beam의 두께 측정결과에 큰 영향을 받으며, Beam의 두께 측정값이 11.6 μm에서 12.5 μm의 범위일 때 탄성계수는 194GPa(두께 12.5 μm)와 242GPa(두께 11.6 μm)의 범위로 얻어진다. 이는 나노인덴터로 측정된 Nickel film의 탄성계수 193.8GPa과 비교할 때 근사한 값을 가진다고 할 수 있다.

3.3.2. 3점 굽힘시험

인덴터를 이용한 3점 굽힘 시험은 박막을 압자로 누르면서 하중과 변위사이의 관계를 측정하는 방법이다. 박막의 두께가 매우 얇기 때문에 굽힘 응력보다는 인장 응력의 영향이 더 크게 나타난다. Beam이나 String을 이용한 비선형적 변형에 대한 해석식이 필요하다[11].

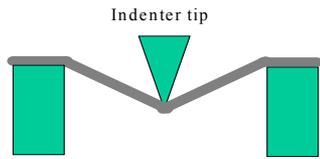


Fig. 9 Schematic of 3 point bending test using nano-indenter

3.3.3. 계면파괴인성치 시험

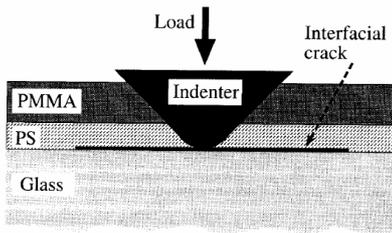


Fig. 10 Schematic of bilayer film for indentation test[3]

모재위에 증착된 박막위에 압입시험을 수행할 때, 박막이 모재로부터 박리되는 현상이 일어날 수 있다. 이때 가해진 하중과 박리된 형상 등으로부터 박막의 접착력, 다른 말로 계면파괴인성치를 측정할 수 있다.

3.3.4. 미소인장시험

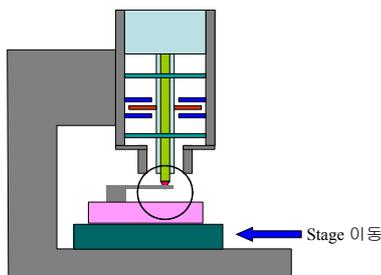


Fig. 11 Schematic of micro-tensile test using nano-indenter
인덴터의 Lateral force module을 이용하는 시

험으로, 시험편의 한쪽 끝을 인덴터 압자에 부착한다. 시험편의 또다른 한쪽 끝이 고정된 Stage를 Lateral방향으로 이동시키면서 발생하는 Lateral force와 변위를 측정해서 탄성계수를 측정한다.

3.3.5. Blistering 시험

Blistering 시험은 일정한 크기와 형상으로 Membrane을 형성하고, 그 Membrane에 기계적 하중 또는 공압을 가해서 Membrane이 마치 거품처럼 볼록한 형상으로 튀어나오게 하는 시험법이다. 나노인덴터를 이용하여 이러한 Blistering 시험을 수행할 수 있으며, 얻어진 Membrane과 하중의 관계[11]를 이용해서 탄성계수, 포아송비, 항복강도, 잔류응력, Membrane과 Substrate간의 접착강도 등을 평가할 수 있다.

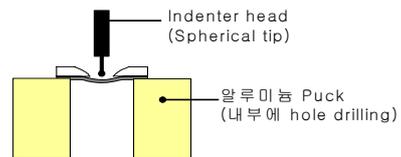


Fig. 12 Schematic of blistering test using nano-indenter

4. 미소인장시험기를 이용한 물성측정

소재나 구조물의 크기가 나노단위로 작아짐에 따라, 기존의 기계적인 측정기법을 그대로 적용하기가 어려운 점이 많이 발생되고 있는데, 특히 변위에 대한 측정기법 개발이 매우 어려운 과제로 남아있다. 특히 시험기 전체의 변위 측정은 사용되는 Actuator의 변위를 측정함으로써 가능하지만, 시험편 Test section의 변위 측정에 있어서는 기존의 Strain gage 같은 센서를 이용하지 못한다. 이러한 문제점을 보완하기 위하여 여러가지 변위센서를 이용한 미소인장시험기가 몇몇 연구자에 의해 개발되고 있다.

이중 가장 대표적으로 레이저를 직사시킨 후 반사되는 Pattern을 분석하는 방법인 레이저간섭계법(ISDG), 레이저를 직사시켜 시험편 표면에서 반사된 빛이 이루는 Speckle을 분석하는 방법인 ESPI(Electronic Speckle Pattern Interferometry)법 등이 제시되고 있다. 그 외에 Dual microscope를 이용해서 직접 시험편의 변형을 측정하는 방법도 연구되고 있다. 본 연구원에서는 PZT actuator와 ISDG를 이용한 미소인장시험기를 제작하였으

로 이를 중심으로 기술한다.

4.1 미소인장시험기의 구조

미소인장시험기는 미세하게 가공된 시험편을 구동하는 정밀하고 분해능이 높은 압전형 actuator와 하중을 측정할 저용량, 고분해능의 로드셀을 이용한 인장시험기의 형태를 가지고 있다.

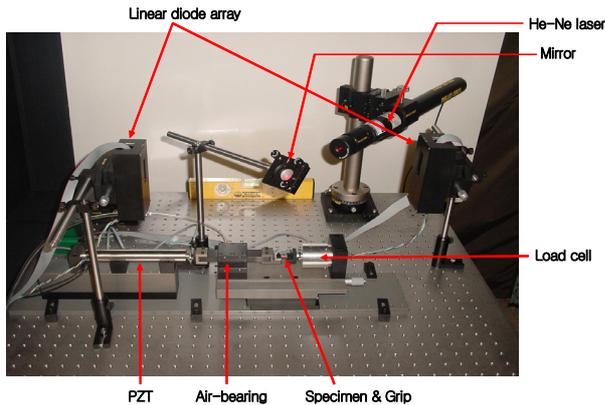


Fig. 13 Micro-tensile tester in KIMM

변위측정방법으로는 Sharpe 등[12]이 개발한 레이저 간섭계 (ISDG ; Interferometric Strain/Displacement Gage)를 이용하였다. 이것은 시험편의 표면에 Gold Line를 입히고, 그곳에 Laser Beam을 직사시켜 형성되는 Fringe pattern을 분석하여 시험편의 미소 변위를 측정하는 방법이다. ISDG 변위 분해능은 매우 높지만(대략 10nm), 시험편 표면에 Line Pattern 구성해야 하는 제작상의 난점이 있으며 변위 측정속도가 느린 점이 단점으로 지적되고 있다.

미소인장시험은 시험결과의 역학적 해석이 간단하므로 재료의 기계적 물성을 평가하기에 유리한 점이 있지만 시편제작이 어려운 단점이 있다.

4.2 미소인장시험기 시편

미소인장시험기용 시험편은 다음과 같은 단계를 통해 제작된다. 우선 Silicon wafer에 Poly와 PSG를 coating한 후에, Gold line이 입혀줄 부분만 제외한 부분에 PR(Photo resist)을 도포 한다. 이후 제외된 부분에 Gold line를 입히고 나머지 PR만 부식시키면 최종적으로 Poly 표면에 Gold line만이 남겨지게 된다. 이렇게 제작된 시험편의 반대편에서 나머지 Poly와 Silicon wafer를 제거하면 Poly표면에 Gold line만이 남게 된다.

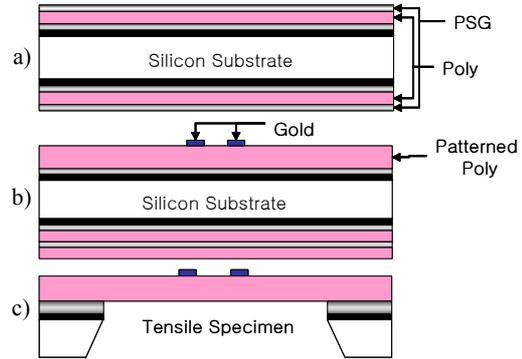


Fig. 14 Manufacturing procedure of ISDG specimen

4.3 미소인장시험기를 이용한 시험

미소인장시험기는 크게 하중을 미소하중 측정부와 미소 구동부로 나뉜다.

미소하중 측정부는 시편의 크기나 시험목적에 맞는 하중의 용량을 결정하여 설계 및 선정하여야 하며 일반적으로 로드셀(Loadcell)을 이용하지만 하중 제어 방식에서는 전류나 전압제어 방식을 선정할 수 있다. 미소 구동부는 변위 분해능과 하중 분해능에 대한 고려가 선행되어야 하며, 압전형 제품이나 VCM(Voice Coil Motor)방식들이 이용된다.

미소인장시험기 Frame에 측정부와 구동부가 강성에 미치는 영향과 변형에 대해서 충분한 고려가 되어야 하고, 시험편과 Frame, 구동부, 측정부간의 정렬(alignment)이 매우 중요하다. 정렬이 맞지 않거나 마찰력이 생겨 시험편에 가해지는 하중에 영향을 줘서는 안되며, 인장방향 이외에 하중이 가해져서도 안 된다.

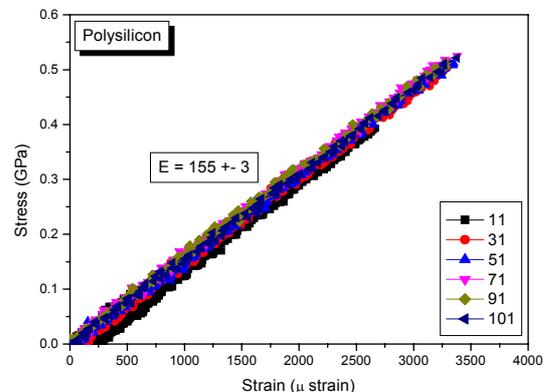


Fig. 15. Stress vs. strain of polysilicon measured by Micro Tensile Tester

그림 15는 Polysilicon의 탄성계수 시험결과로

매우 선형적인 결과를 보여주며 약 155GPa의 값을 얻었다.

5. 기계적 물성 측정법 간의 비교

Table 1 Comparison of nano material tests

	나노 인덴테이션	미소인장 시험	Beam bending	Blister
측정가능 물성	탄성계수 경도 잔류응력 파괴인성 강도	탄성계수 포아송비 강도	탄성계수 굽힘강도	탄성계수 포아송비
시험편제작	쉬움	어려움	어려움	어려움
시험방법	쉬움	어려움	쉬움	쉬움
측정결과 반복성	좋음	좋음	나쁨	나쁨
결과해석	어려움	간단	간단	어려움
비고	정성적 결과	정량적 결과		정량적 결과

6. 요약 및 결론

나노인덴터와 미소인장시험기를 중심으로 나노 공정을 위한 기계적 물성 측정 기법을 살펴보았다. 나노인덴터를 사용하는 방법은 시험편제작이 간단한 반면, 역학적인 해석이 복잡한 단점이 있고, 미소인장시험은 역학적인 해석이 간단하지만, 시험편제작이 어려운 단점이 있다. 시험편의 크기가 점점 작아지면서 미소하중과 변위를 측정하는 센서의 분해능 문제가 대두되고 있고, 특히 시험편의 변형율을 측정하는 비접촉식 기법이 절실히 요구된다. 나노단위 구조물의 기계적 물성은 동일한 재료일지라도 제작공정과 구조물의 크기에 따라 달라질 수 있고, 물성측정 기법에 따라서도 차이가 발생하기도 한다. 이러한 점에서 같은 재료의 물성을 평가하더라도 다양한 방법으로 측정하여 비교할 필요가 있다.

후 기

본 과제는 나노메카트로닉스개발사업단(과제 번호 02-K14-01-013-1-0)의 지원으로 수행된 연구 결과의 일부입니다.

참고문헌

- (1) NSTC, 2000, "National nanotechnology initiative"
- (2) W. C. Oliver, G. M. Pharr, 1992, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, J. Mater. Res., Vol. 7, No. 6
- (3) M. Li and B. Carter, M. A. Hillmyer, W. W. Gerberich, 2001, Adhesion of polymer-inorganic interfaces by nanoindentation, Materials Research Society, Vol. 16, No. 12, 3378-3388
- (4) A. Karimi, Y. Wang, T. Cselle, M. Morstein, 2002, Fracture mechanism in nanoscale layered hard thin films, Thin Solid Films, 420-421, 275-280
- (5) V. Jardret, H. Zahouani, J. L. Loubet, T. G. Mathia, 1998, Understanding and quantification of elastic and plastic deformation during a scratch test, Wear, 218, 8-14
- (6) D. Rats, V. Hajek, L. Martinu, 1999, Micro-scratch analysis and mechanical properties of plasma-deposited silicon-based coatings on polymer substrates, Thin Solid Films, 340, 33-39
- (7) D. Tabor, 1951, The Hardness of Metals, Oxford, London
- (8) Y. T. Cheng, C. M. Cheng, 2000, What is indentation hardness?, Surface and Coating Technology, 133-144, 417
- (9) G. M. Pharr, 1998, Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation, Materials Science and Engineering, A253, 153
- (10) MTS, Nano Indenter XP User Manual, 2002, MTS Systems Corporation
- (11) S. Timoshenko and S. Woinowsky-Krieger, 1959, Theory of plates and shells, McGraw-Hill Book co.
- (12) W. N. Sharpe, B. Yuan, R. Vaidyanathan, R. L. Edwards, 1997, Measurements of Young's Modulus, Poisson's Ratio, and Tensile Strength of Polysilicon, IEEE, 424-429