

박막의 기계적 물성 측정을 위한 벌지 시험 시스템 개발 : 전해 동 박의 탄성 계수

김동일[†] · 허용학* · 김동진* · 기창두**

Development of Bulge Testing System for Mechanical Properties Measurement of Thin Films : Elastic Modulus of Electrolytic Copper Film

Dong-Iel Kim, Yong-Hak Huh, Dong-Jin Kim and Chang-Doo Kee

Key Words : Bulge Test(부풀림 시험), Out-of-plane ESPI(면외 ESPI), Mechanical Properties(기계적 물성), Electrolytic Copper Film(전해 동 박막)

Abstract

A bulge testing system was developed to measure mechanical properties of thin film materials. A bulge pressure test system for pressurizing the bulge window of the film and a micro out-of-plane ESPI(Electronic Speckle Pattern Interferometric) system for measuring deflection of the film were included in the testing system developed. For the out-of-plane ESPI system, whole field speckle fringe pattern, corresponding to the out-of-plane deflection of the bulged film, was 3-dimensionally visualized using 4-bucket phase shifting algorithm and least square phase unwrapping algorithm. The bulge pressure for loading and unloading was controlled at a constant rate. From the pressure-deflection curve measured by this testing system, in-plane stress-strain curve could be determined. In this study, elastic modulus of an electrolytic copper film 18 μm was determined. The modulus was calculated from determining the plain-strain biaxial elastic modulus at the respective unloading slopes of the stress-strain curve and for the Poisson's ratio of 0.34.

1. 서 론

MEMS/ NEMS 기술의 발전과 더불어 이 기술에 의한 나노 시스템의 신뢰성 또한 관심이 높아지고 있다. 특히 나노 시스템을 이루고 있는 많은 부분들이 수 마이크로 혹은 그 이하의 두께를 가진 나노 결정 체적 소재(nano-crystalline bulk material)나 박막 소재(thin film material)로 제작되고 있기 때문에 이들 구조물의 신뢰성은 제조 방법 및 설계와 밀접한 관계를 가지고 있어 이러한 나노 구조 박

막의 기계적 특성을 확보하는 것은 매우 중요하다. 따라서 이러한 인지를 가지고 있는 비교적 많은 연구자들에 의해 막소재에서의 기계적인 특성을 측정하기 위하여 다양한 직·간접적인 방법으로 시도되어 왔고 대표적으로, 직접적으로 마이크로 인장 물성을 측정할 수 있는 시험 기법인 마이크로 인장 시험(micro tensile test)과 이에 비해 간접적으로 측정할 수 있는 나노 압입 시험(nano-indentation test), 빔 굽힘 시험(beam bending test), 벌지 시험(bulge test), 공진 주파수 시험(resonant frequency test) 등의 측정 기법이 알려져 있다[1].

본 연구에서는 간접적으로 인장 물성을 측정할 수 있는 방법 중의 하나인 벌지 시험 기법을 이용하여 박막 소재의 물성을 측정하기 위한 부풀림 변형 측정 시스템을 개발하였다. 1959년 beams에 의해 처음 소개된 벌지 시험은 MEMS 공정에 의해 마이크로 시험편을 상대적으로 쉽게 만들 수

[†] 전남대학교 기계공학과
E-mail : yuilmaie@kriss.re.kr
TEL : (042)868-5741 FAX : (042)868-5635

* 한국표준과학연구원 삶의질표준부 안전그룹

** 전남대학교 기계시스템공학부

있다는 장점을 가지고 있어 비교적 많은 연구자들이 박막의 물성 측정에 사용하였으며, 최근에는 Vlassak 과 Nix 의 탄성 변형과 잔류 응력을 고려한 에너지 최소화 기법(energy minimization method) 과 포와송비(Poisson's ratio)가 탄성 계수에 미치는 영향을 최소화시키기 위해 박막 시험편에 가해지는 응력을 평면 변형 상태로 가정하는 해석 방법이 주로 이용되고 있다[2,3,4].

대부분의 벌지 시험은 박막 시험편 중앙의 한 점에서의 부풀림 측정에 의한 부풀림 변형 해석에 의존하였으나 좀 더 정확한 물성을 측정하기 위해서는 벌지 면에서 전체적인 변형을 측정해야 할 필요가 있다. 이에 본 연구에서는 벌지 박막의 변형 형상을 측정하기 위하여 마이크로 면의 ESPI(Electronic Speckle Pattern Interferometry) 시스템을 개발하였고, 이를 이용하여 전해 적층(electro-deposition)에 의해 제작된 동 박막에 적용하여 부풀림 동안 변형 형태와 박막 시험편 중앙에서의 정량적인 최대 면의 변형을 측정하였으며, 이로부터 부풀림에 대한 압력과 변형으로부터 압력-변형 곡선과 응력-변형률 곡선을 결정하였다. 이 곡선들로부터 동 박막에 대한 이축 탄성계수를 결정할 수 있었으며 체적 동 소재의 포와송비를 이용하여 탄성계수를 결정할 수 있었다. 또한 Huh[5] 등에 의한 마이크로 인장 시험 연구로부터 결정된 인장 물성과 비교하였다.

2. 마이크로 벌지 시험

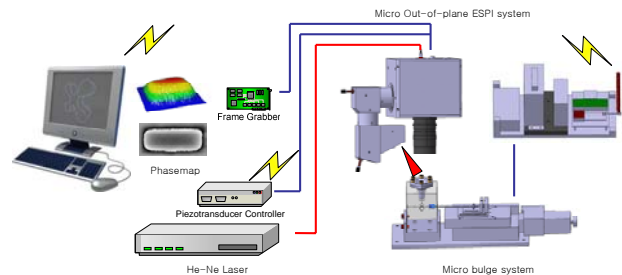
2.1 마이크로 벌지 시험 시스템

벌지 시험은 박막의 부풀림에 대한 형상 해석으로부터 기계적인 물성을 측정할 수 있는 시험 방법으로서 벌지 시험에 의해 얻어진 압력-변형 곡선(pressure-deformation curve)이나 응력-변형률 곡선(stress-strain curve)으로부터 탄성계수(elastic modulus), 항복 강도(yielding strength), 인장 강도(tensile strength) 및 잔류 응력(residual stress) 등의 인장 특성을 결정할 수 있으며 더 나아가 포와송비(poisson's ratio)까지도 결정할 수 있다.

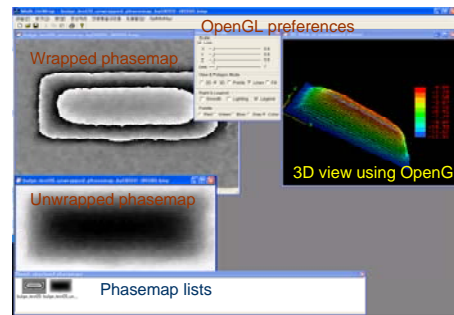
대부분의 벌지 시험에서 이용된 부풀림 측정 시스템은 PSD(Position Sensitive Detector)를 이용하여 최대 부풀림 지점에서 변형을 측정하여 미소 재료의 물성을 결정하였으나 경계 조건과 최대 변위 발생 위치에 대한 불확실성으로 인해 신뢰성이 다

소 낮아지는 단점을 가지고 있다. 따라서 본 연구에서는 이러한 문제점을 해결하기 위해 박막에 부풀림을 인가하기 위한 벌지 시험기와 전영역(whole-field)에서의 변형 정보를 실시간으로 측정할 수 있는 마이크로 면의 ESPI (Electronic Speckle Pattern Interferometry) 측정 시스템을 개발하였고 Fig. 1 에 도시하였다.

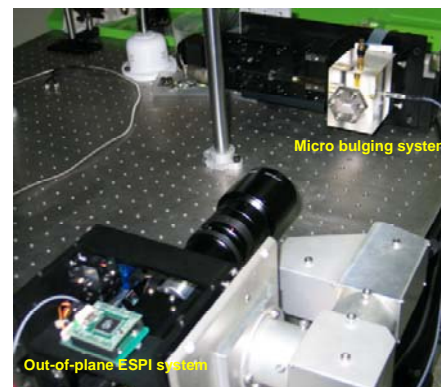
벌지 시험기는 5 상 마이크로 스텝핑 모터로 구동하여, 1 $\mu\text{m}/\text{pulse}$ 의 분해능으로 이동되는 1 ml 의 용량을 가진 1700 Series Gastight Syringe 에 의해 오일이 오리피스 관을 통해 박막 시험편에 유압으로 부풀림이 인가되고 이에 대한 압력은 345 kPa 의 용량을 가진 압력 센서에 의해 측정되도록 하였다. 오리피스 관에 유입된 공기(air)는 조절 밸브(Stopcock)을 통해 배출되도록 제작하였다.



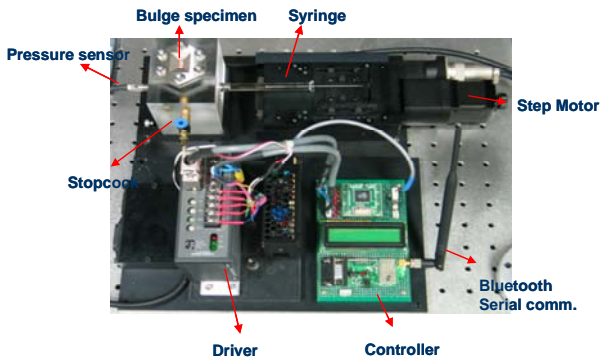
(a) Schematic diagram of the out-of-plane micro-ESPI system and bulge testing system.



(b) Control, acquisition and phase analysis program.



(c) Photo of bulge testing for thin film.



(d) Photo of testing system and bulge testing device.

Fig. 1 The out-of-plane micro-ESPI system and bulge testing system developed in this study.

또한 PC-기반 운영 프로그램은 Microsoft Visual C++6.0 을 이용하여 개발하였고 이로부터 스테핑 모터 드라이버에 연결된 마이크로 프로세서(AVR, Atmega128)와 Bluetooth 시리얼 통신으로 시스템이 제어될 수 있도록 하였다. 또한 위상 지도와 결편 칩에 대한 3 차원 분석은 OpenGL 을 이용하여 개발하였다.

마이크로 면외 ESPI 시스템은 가간섭성이 우수한 He-Ne Laser(wave length : 632.8 nm)를 이용하였으며, 시스템의 환경에 제약을 받지 않고 이동과 적용이 가능하도록 광 파이버(optical fiber)를 통해 전달되도록 하였다. 또한 변형의 정량 해석을 위한 4-bucket 위상 이동 기법을 적용시키기 위해 압전 소자 (PZT : Piezotransducer)를 이용하였다.

2.2 마이크로 벌지 시험편

Bulge 시험의 기본적인 모델은 시험편 형상에 따라 구형 박막 모델과 사각형 박막 모델로 나뉘며, 세장비에 대한 영향을 고려하기 위해 사각형 박막 모델이 주로 이용되고 있다. 벌지 시험의 최대 단점이라 할 수 있는 포와송비와 탄성계수의 관계는 세장비($b/a=n$)가 4 이상일 때 포와송비가 탄성계수에 미치는 영향이 점점 작아진다[2][3]. 따라서 본 연구에서는 포와송비가 탄성 계수에 미치는 영향이 적은 세장비가 4 인 시험편을 제작하였고 이에 대한 벌지 시험을 수행하였다.

마이크로 벌지 시험편은 μ -BGA 칩 (CSP: Chop Scale Package) 내의 beam lead 선으로 이용되고 있는 18 μ m 의 두께를 가진 동 박막(copper foil)을 이용하였다. Fig. 2 에 나타난 바와 같이 막 재료는 본 연구에서 개발한 벌지 시험기의 Holder 구성 장치인 $b \geq 4a$ 의 형태인 2.5 \times 10 mm 의 크기로

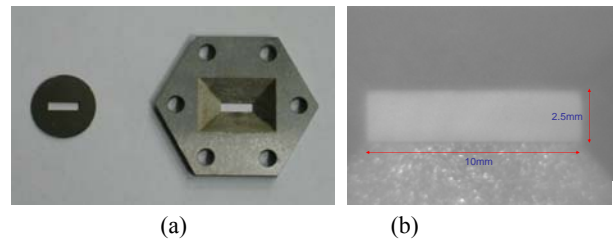


Fig. 2 Photograph of (a) the holder system composed of specimen plate and clamp and (b) the rectangular thin film

제작된 시편 플레이트(specimen plate) 위에 접착제에 의해 부착되었으며 외적 지지 구조를 가지지 않는 상태로 클램프(clamp)에 설치되었다. 2.3 mm/min 의 일정한 속도로 가해진 압력에 의해 부풀려진 박막의 면외 변형은 마이크로 면외 ESPI 시스템에 의하여 연속적으로 측정되도록 하였으며 측정된 압력-변형 곡선으로부터 응력-변형을 곡선을 결정하였고 이축 탄성계수(Biaxial elastic modulus)와 포와송비(Poisson's ratio)와의 관계를 구하기 위해 가해진 압력의 일정한 비율로 가압 (loading)과 제하(unloading)를 반복하여 벌지 시험을 수행하였다.

Fig. 3 에 벌지 시험 동안 측정된 압력과 변형 곡선과 각 압력에 해당되는 변형을 나타낸 위상 지도를 나타내었으며 Fig. 4 와 Fig. 5 에 세장비(aspect ratio)가 4 인 동 박막 시험편의 가압과 제하에서의 부풀림 변형에 대한 프로파일(profile)을 x, y 방향으로 각각 도시하였고 3 차원 형상으로 표현하였다. Fig. 4 와 5 에서 알 수 있듯이 박막 시험편 중앙에서 변형이 직선으로 saturation 되고 있다. 즉, 박막 시험편 중앙에 작용하는 응력은 평면 변형으로 가정할 수 있다.

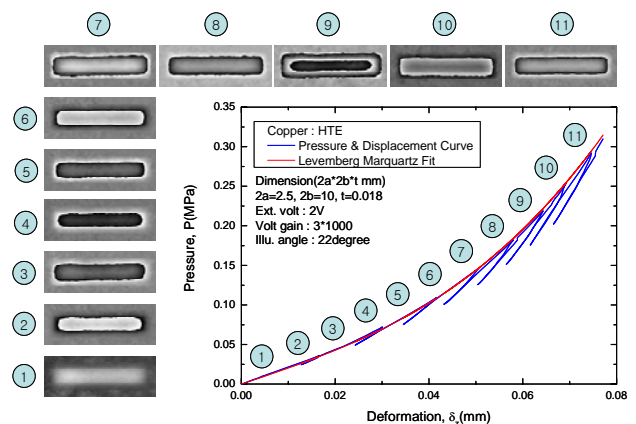


Fig. 3 Pressure-deformation curve obtained during bulge test for copper film and interferometric patterns corresponding to the respective bulge pressure.

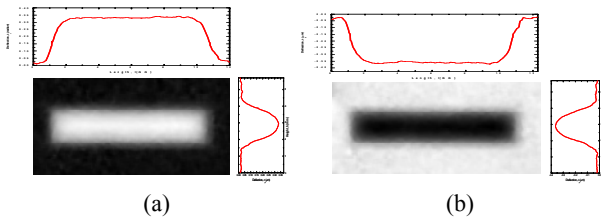


Fig. 4 Profiles of unwrapped phasemaps measured under (a) loading and (b) unloading.

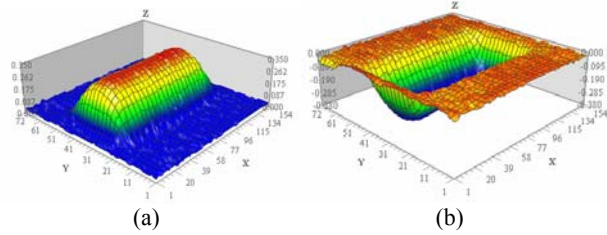


Fig. 5 The typical 3-dimensional shape of deformation obtained from bulge test.

3. 벌지에 대한 변형 측정

3.1 면외 ESPI 에 의한 변형 측정

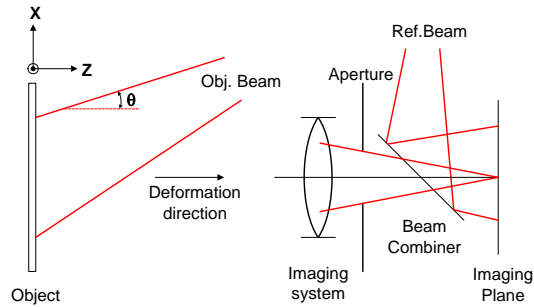


Fig. 6 Arrangement of speckle interferometer sensitive to out-of-plane displacement.

대부분의 벌지 시험에서 이용된 부풀림 측정 시스템은 PSD(Position Sensitive Detector)를 이용하여 최대 부풀림 지점에서 변형을 측정하여 미소 재료의 물성을 결정하였으나 경계 조건과 최대 변위 발생 위치에 대한 불확실성으로 인해 신뢰성이 다소 낮아지는 단점을 가지고 있다. 그러나 본 연구에서 개발한 마이크로 면외 ESPI 시스템은 시험편 전체에 대한 변형 측정과 정량 분석이 가능하다. Fig. 6 은 면외 변위에 민감하게 반응하도록 구성된 ESPI 간섭계를 나타내고 있으며 광원인 레이저로부터 95:5 의 비율로 분리된 물체광과 참조광의 중첩에 의한 스펙클 패턴의 상대적인 비교에 의해 $\lambda/2$ 의 분해능으로 물체의 변형을 측정할 수 있다. 그러나 스펙클 상관 간섭 무늬는 아날로그 신호에 대한 시스템 및 양자화로 인해 고주파

노이즈가 포함되기 때문에 패턴 분석과 변형의 정량 해석에 어려움이 따른다. 따라서 고주파 노이즈를 제거하기 위한 기법으로 4-bucket 위상 이동 기법을 적용하였다. 위상 이동 기법의 특성상 간섭 무늬는 arctangent 함수로 인해 $[-\pi, \pi]$ 의 2π -모호성을 가진 톱니 바퀴 모양의 위상 지도(wrapped phasemap)를 형성하게 되므로 본 연구에서는 최소자승 위상 결렬침 알고리즘(least squares phase unwrapping algorithm)[7]을 이용하여 연속적인 변형으로 변환하였다. 결렬처진 위상 지도와 면외 변형, d_z 와의 관계는 간섭계의 민감도 벡터의 해석에 의해 식(1)과 같이 정리 될 수 있다.

$$d_z = \frac{\lambda}{2\pi} \frac{\Delta\phi}{(1 + \cos\theta_i)} \quad (1)$$

여기서, λ , θ_i 와 $\Delta\phi$ 는 면외 ESPI 에 이용된 레이저의 파장(wavelength), 시험편에 조사된 각도와 벌지 시험편의 변형을 나타내는 위상 변화를 나타낸다

3.2 벌지에 대한 응력과 변형을 해석

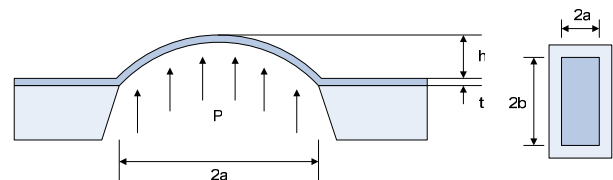


Fig. 7 Cylindrical geometry used to calculate stress and strain in the bulge test.

본 연구에서 이용한 동 박막에 대한 직사각형 박막 모델을 Fig. 7 에 나타내었다. 여기서 $2a \times 2b$ 의 직사각형 박막에 가해진 P 는 부풀림 압력을 나타내며 t 는 박막의 두께, h 는 압력에 대한 부풀림량을 나타내고 있다. 박막의 부풀림에 대한 관계식은 Fig. 4 와 5 에서 도시한 바와 같이 박막의 변형 형상에 따라 힘평형이 고려된 얇은 벽으로 된 구형 혹은 실린더형 압력 용기(thin-walled spherical or cylindrical pressure vessel)로 가정하여 유도할 수 있으며, 본 연구에서 이용한 $b \geq 4a$ 의 세장비의 시험편의 경우엔 실린더 형태로써 박막의 중앙에 작용하는 응력은 평면 변형 상태라고 가정할 수 있으므로 응력과 변형률은 식(2)와 식(3)과 같이 정의할 수 있다.

Table 1. Comparison of mechanical properties determined by bulge test and micro tensile test

Material	Biaxial Elastic Modulus, E^* (GPa)	Elastic Modulus, E (GPa), $\nu=0.34$	Yielding strength, σ_{ys} (MPa)	Tensile strength, σ_{uts} (MPa)	Residual Stress, σ_0 (MPa)
Copper film (HTE)					
Micro Bulge Test	85.64 ± 3.23	75.74 ± 2.8	-	-	83.6
Micro Tensile Test	-	74.78 ± 3.4	304.5 ± 7.6	377.4 ± 11.6	-

$$\sigma = \frac{Pa^2}{2ht} \quad (3)$$

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \varepsilon_{bulge} = \frac{\sigma_0}{E^*} + \frac{2h^2}{3a^2} \quad (4)$$

여기서, σ_0 는 잔류 응력(residual stress)을 나타내며 E^* 은 이축 탄성 계수(biaxial elastic modulus)를 나타낸다.

따라서 외적 지지 구조를 가지지 않는 박막(free-standing membrane)은 응력과 변형을 관계로부터 식(5)와 같은 압력-변형(pressure-deformation)간의 관계를 얻을 수 있으며 곡선 적합으로부터 잔류응력과 탄성 계수를 얻을 수 있다.

$$P = \frac{2\sigma_0 t}{a^2} h + \frac{4Et}{3a^4(1-\nu^2)} h^3 \quad (5)$$

식(5)의 압력-변형의 관계식으로부터 잔류 응력값과 탄성 계수값은 서로 의존적이며 곡선 적합에 의한 밴드가 다소 커 신뢰도가 낮다. 따라서 본 연구에서는 평면 변형으로 가정된 박막의 부풀림으로부터 응력-변형을 곡선을 유도하였으며, 이로부터 탄성계수와 잔류응력을 결정할 수 있었다. 탄성 계수는 압력의 제하(unloading)에서 측정된 응력과 변형률로부터 이축 탄성 계수(biaxial elastic modulus)를 결정하였으며 동 체적 소재의 포와송비로부터 탄성계수를 결정하였다.

4. 결과 및 고찰

동 박막에 대한 벌지 시험에서 마이크로 면의 ESPI 시스템의 4-bucket 위상 이동 기법에 의해 측정된 위상 지도를 이용한 연속 변형 측정 알고리즘[5]으로부터 얻은 변위와 압력 센서에서 측정된 압력-변형 곡선을 Fig. 3에 나타내었으며 이때 각 해당 압력에서 위상 지도를 압력-변형 곡선 주변에 나타내었다. 또한 Fig. 4는 압력이 순방향과 역방향으로 인가될 때에 측정된 위상 지도의 x, y 양방향에 대한 프로파일(profile)을 나

타내었으며 각 위상 지도의 3 차원 형상을 Fig. 5에 나타내었다.

Fig. 4와 Fig. 5에 나타낸 프로파일(profile)에서 알 수 있듯이 시험편 중앙 부위에서의 벌지 변형이 직선 형태로 saturation 되고 있기 때문에 실린더 형태의 압력 용기로 가정할 수 있었고 직사각형 박막의 중앙 부위에서 작용한 응력은 plane strain 상태로 가정 할 수 있었다. 따라서 Fig. 3에 나타낸 압력-변형 곡선은 식(3)과 식(4)에 나타낸 응력과 변형률식을 이용하여 Fig. 8과 같이 응력-변형률 곡선으로 계산할 수 있다.

이 곡선으로부터 시험 초기에 발생한 잔류응력 σ_0 는 83.6MPa로 결정 할 수 있었으며, 이축 탄성 계수(Biaxial elastic modulus, E^*)는 역방향으로 인가된 압력과 변형간의 관계에서 최소 자승법에 의해 결정할 수 있었다. 만일 동 박막의 포와송 비가 체적 소재와 같이 0.34라고 가정한다면, 이용된 동 박막의 탄성계수는 Fig. 8에 나타낸 바와 같이 75.74 ± 2.8 GPa로 결정할 수 있었으며, Huh 등[6]에 의한 마이크로 인장시험에 의해 측정된 탄성 계수와 거의 일치함을 알 수 있었다.

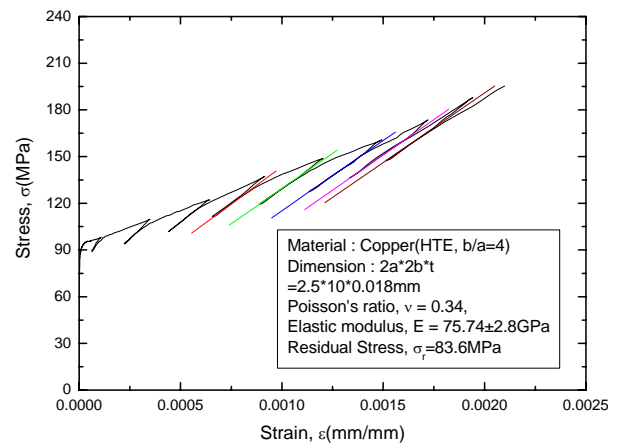


Fig. 8 The stress-strain curve copper thin film obtained from bulge test.

5. 결론

본 연구를 통해 마이크로 벌지 시험기와 마이크로 면외 ESPI 시스템이 개발되었다. 본 시스템을 이용하여 세장비가 4 이상($b \geq 4a$)인 직사각형 동 박막에 대한 벌지 시험이 수행되었다. 마이크로 벌지 시험기는 $1 \mu\text{m/pulse}$ 의 분해능을 가진 Motorized stage 와 345kPa 의 용량을 가진 압력 센서로 구성하였으며, 본 연구를 통해 개발된 PC-기반 운영 프로그램으로부터 스테핑 모터에 연결된 마이크로 프로세서와 블루투스(Bluetooth) 시리얼 통신으로 시스템이 제어 될 수 있도록 하였다. 또한 마이크로 면외 ESPI 시스템은 압전소자(PZT)를 이용한 4-bucket 위상 이동 기법과 최소 자승 위상 결편침 알고리즘(least squares phase unwrapping algorithm)에 의해 벌지에 대한 정량 해석이 가능하도록 제작되었다.

개발된 시스템을 이용하여 동 박막의 탄성 계수를 결정하기 위해 압력의 가압(loading)과 제하(unloading)를 반복하여 압력과 변형간의 관계를 얻을 수 있었으며 이 관계로부터 응력-변형률 곡선을 얻을 수 있었다. 본 연구로부터 동 박막에 대한 이축 탄성 계수는 Table 1 에 나타낸 바와 같이 $85.64 \pm 3.23 \text{ GPa}$ 로 결정되었으며, 탄성계수는 동 체적 소재의 포와송비인 0.34 를 이용하여 $75.74 \pm 2.8 \text{ GPa}$ 로 결정할 수 있었다. 본 연구로부터 결정된 탄성 계수는 Huh 등[6]의 마이크로 인장 시험 기법(micro-tensile test)에 의한 동 박막의 인장 물성 평가에 대한 연구로부터 얻은 $74.78 \pm 3.4 \text{ GPa}$ 의 탄성계수와 비교적 잘 일치하였다. 따라서 본 연구에 의한 마이크로 벌지 시험은 마이크로 인장 시험과의 비교를 통해 신뢰성을 확보할 수 있었으며 마이크로 벌지 시험에 의한 동박막의 기계적인 물성 평가는 성공적이라 할 수 있었다.

후 기

본 연구는과학기술부 21 세기 프론티어 연구 개발 사업인 ‘나노소재기술개발사업단’의 지원(과제번호: 06K1501-01110)과 한국표준과학연구원의 연구 사업의 지원으로 수행되었습니다.

참고문헌

- (1) Mohamed Gad-el-Hak, 2002, “The MEMS Handbook,” CRC Press.
- (2) Tabata, O., Kawahata K., Sugiyama S. and Igarashi I., 1989, “Mechanical Property Measurements of Thin films Using Load-Deflection of composite Rectangular Membranes,” Sensor and Actuators, Vol. 20, pp. 135~141.
- (3) Vlassak, J. J. and Nix, W.D., 1992, “A new bulge test technique for the determination of Yount’s modulus and Poisson’s ratio of thin films,” Journal of Material Research, Vol. 7, No. 12, pp. 3242~3249.
- (4) Kalkman, A. J., Verbruggen, A. H., Janssen, G. C. A. M. and Groen, F. H., 1999, “A novel bulge-testing setup for rectangular free-standing thin films,” American Insitute of Physics, Vol. 70, No. 10, pp. 4026~4031.
- (5) Kim, D. I., Huh, Y. H., Kee, C. D., 2006, “Out-of-plane Micro-ESPI System for Measurement of Mechanical Proper-ties of Film Materials,” Key Engineering Materials, Vols. 321-323, pp. 116~120.
- (6) Huh, Y.H., Kim, D. I., Kee, C. D., 2005, “Measurement of Continuous Micro-Tensile Strain Using Micro-ESPI Technique,” Key Engineering Materials, Vols. 297-300, pp. 53~58.
- (7) Ghiglia, D. C., Pritt, M. D., 1998, “Two-dimensional phase unwrapping,” John Wiley & sons Ltd, New York.