나노인멘터를 이용한 물리머 소재의 두께 변화에 대한 기계적 특성 평가

A Evaluation of Mechanical Property about Variation of Thickness for Polymer Material by

Using the Nanoindenter

*경유나¹, 이온경^{2, #}강흥길³

*Y. N. Joung¹, E. K. Lee², [#]C. G. Kang³ (cgkang@pusan.ac.kr) ¹ 부산대학교 정밀기계공학과, ²부산대학교 하이브리드소재솔루션(NCRC), ³부산대학교 기계공학부

Key words : Nanoindenter, Polycarbonate, Molecular Wight, Hardness, Elastic Modulus, AFM

1. 서론

최근 광 리소그래피 공정을 대체 또는 보완하기 위한 다양한 나노프로브 기반 리소그래피 기술들이 연구되고 있다. 그 중에서 도 정적/동적 스크래치 또는 정적/동적 나노압입공정은 초기장비 설치 및 장비가동에 드는 비용이 매우 저렴하고, 공정이 간단하 며, 소재의 선택이 자유롭다는 장점이 있어 널리 연구되고 있다 ¹³. 나노인덴터를 이용한 나노압입공정은 약물 전달용 셀(cell), 슬롯(slot), 나노저장매체를 위한 데이터 비트등에 응용 되고 있다 ⁴. 폴리카보네이트 소재 부품의 크기가 나노/마이크로 수준으로 감소함에 따라 기계적 물성치의 필요도 증가되고 있다. 폴리카보 네이트는 나노임프린트를 통하여 데이터 저장을 목적으로 사용 되고 있으며 우수한 생체 친화성 및 광학성을 가지고 있어 많은 연구가 진행되고 있는 소재이다.

폴리카보네이트의 기계적 특성은 분자량의 영향을 받는다. 분자량은 무게평균분자량과 수평균분자량과 같은 방법에 의해 측정할 수 있다. 폴리카보네이트의 분자량은 무게평균분자량 방법에 의해 폴리카보네이트의 두께 및 크기에 영향을 받는다⁵.

본 연구에서는 두께에 따른 폴리카보네이트의 기계적 특성을 알아보기 위해 나노인덴터를 이용하여 폴리카보네이트의 나노/ 마이크로 수준의 기계적 성질을 연구하였다.

2. 실험 방법 및 조건

2.1 장비 및 소계

폴리카보네이트 소재의 두께별 기계적 특성을 알아보기 위해 미국 MTS(Material Testing System)사에서 제작된 나노인텐터 [®]XP의 연속강성측정법(CSM)을 사용하였다.



Fig. 1 Geometric of Berkovich tip

Fig. 1은 압입 실험에 사용된 다이아몬드 Berkovich Tip의 형상 을 나타내고 있다. 다이아몬드 팁 첨단부의 반경은 약 20nm로 제작되었다. 실험에 사용된 소재로는 크기가 15 X 15 mm²이며, 두께는 5, 20mm인 판재형 폴리카보네이트(Polycarbonate, PC)를 사용하였다.

실험 후 시편의 압흔을 관찰하기 위해 AFM 장비인 XE-100 (PSIA, Korea)을 사용하여 압입 실험 후 시편의 크기 및 압입 깊이를 조사하였다.

2.2 실험조건의 설정

폴리카보네이트 소재의 두께를 증가시켰을 때에 따른 기계적 물성을 평가하기 위하여 연속강성측정방법을 사용하여 압입깊 이에 따른 기계적 특성을 구한다.

Table 1 Condition of CSM		
Maximum Depth	Poissons rate	Frequency Target
2000 nm	0.38	45 Hz

.. .

위의 Table 1과 같은 조건으로 연속강성측정방법을 실시하였으며, 1개의 샘플에 6번 압입하여 실험하였다.

3. 결과 및 토론

폴리카보네이트의 두께변화가 기계적 특성에 미치는 영향을 알아보기 위해 Table 1의 조건을 이용하여 폴리카보네이트의 기계적 특성을 조사하였다.



Fig. 2 Load – Displacement Curves about PC of Thickness (a) t = 5mm (b) t = 20mm

Fig. 2는 두께별 압입 하중과 변위를 나타내고 있다. 최대 압입 깊이는 2000nm로, 이때의 압입 하중이 최대이다. 최대 압입 하중은 6번 압입하여 얻어진 결과의 평균값을 나타낸 것이다. 두께가 5, 20mm일때, 최대 압입 하중은 각각 9.7, 12.9mN으로 폴리카보네이트의 두께가 증가할수록 압입 하중은 커지고, 탄성 회복량은 감소하고 있다. 이것은 분자량이 증가할수록 하중에 대한 저항력이 커져서 탄성 회복량이 감소하는 것으로 보인다⁵. 실제 나노 압입실험에 사용되는 압입자는 가공상의 문제로 인하여 첨단부에서 무딘 형태를 가지고 있다. 따라서 압입깊이가 너무 작을 경우에는 팁과 소재 표면사이의 탄성접촉이 발생하여 소재의 기계적 성질의 측정값에 영향을 미친다. 이러한 현상을 압입크기효과 (Indentatin Size Effect, ISE)라고 한다⁶. 압입크기효 과를 고려하여 경도 및 탄성계수는 500~ 1500nm 사이의 평균값 을 이용하여 폴리카보네이트의 기계적 특성을 비교하였다.



Fig. 3 Hardness – Displacement Curves about PC of Thickness (a) t = 5mm (b) t = 20mm



Fig. 4 Modulus – Displacement Curves about PC of Thickness (a) t = 5mm (b) t = 20mm



Fig. 5 Variation of the Modulus and Hardness with Increasing Thickness

변위에 따른 폴리카보네이트 소재의 경도 및 탄성계수 평균값 을 Fig. 3과 Fig. 4에 나타내었다. 두께가 5, 20mm일 때, 경도는 0.155, 0.190 GPa이였으며, 탄성계수는 2.237, 2.557 GPa이였다. Fig. 5는 폴리카보네이트 소재의 경도 및 탄성계수와 두께 변화의 관계를 나타내고 있다. 두께가 증가 할수록 경도와 탄성계 수가 증가하는 것을 알 수 있었다. 이것은 분자량이 증가 할수록 압입 하중이 커지며 그로 인하여 분자간의 거리가 조밀해지면서 분자간의 힘이 커져 경도와 탄성계수가 증가한 것으로 보인다⁵.



Fig. 6 AFM Image and Residul Depth about PC of Thickness (a) t = 5mm (b) t = 5mm (a) t = 20mm (b) t = 20mm

Fig. 6은 압입 실험을 한 폴리카보네이트를 AFM을 이용하여 압입 후 깊이를 관찰한 그래프 및 촬영한 사진이다. 두께가 5, 20 mm일 때 압입 후 깊이(h_c)는 734, 846 nm이고, 파일업의 높이 (h_p)는 113, 138 nm, 압흔 폭(W)은 6, 7 nm로 두께가 증가할수록 압흔 및 파일업의 크기가 더 커진 것을 관찰할 수 있었다. 이것은 분자량이 증가할수록 압입 하중이 증가하여 압흔의 크기에 영향 을 미쳤다.

본 연구를 통하여 두께가 증가할수록 기계적 성질이 증가하는 것을 알 수 있었다. 그리고 압흔의 크기 및 파일업은 두께가 증가할수록 커졌다.

분자량이 증가 할수록 기계적 성질이 변화한다는 것을 입증하 기엔 부족한 부분이 있다. 데이터베이스를 구축하기 위하여 분자 량의 증가 폭을 조절하고, 다른 폴리머 소재의 두께 변화에 따른 기계적 성질을 알아보기 위한 추가 실험을 수행할 것이다.

4. 결론

본 연구는 나노인덴터를 이용하여 폴리카보네이트 소재의 분자량이 기계적 성질을 결정하는데 미치는 영향에 관한 연구를 수행하였다. 수행한 연구 결과를 다음과 같이 정리하였다.

- 분자량이 증가하면 최대 압입 하중은 커지고 하중에 대한 저항력의 영향으로 탄성회복량은 감소하였다.
- 경도 및 탄성계수는 압입 하중이 증가함에 따라 실험값이 증가하였으며, 분자량이 증가할수록 분자간의 힘의 영향을 받아 경도 및 탄성계수는 증가하였다.
- AFM으로 압흔의 크기를 관찰한 결과, 분자량이 증가할수록 압흔의 크기는 커졌다. 분자량이 증가할수록 압입 하중이 증가하여 압흔에 영향을 미쳤다.
- 4. 분자량의 증가는 폴리카보네이트의 기계적 성질 및 압흔의 크기에 영향을 미친다. 이러한 결과는 나노/마이크로 패턴을 제작하기 위한 데이터베이스로 사용할 것이다.

추기

이 논문은 2008년도 정부재원(교육인적자원부 학술연구조성 사업비)으로 한국학술진흥재단 (KRF-2008-311-D00309) 과 교육 과학기술부/한국과학재단 국가핵심사업(NCRC)의 지원을 받아 연구되었음

참고문헌

- 1. Chang, W.S., Shin, B.S., Whang, K.H., "Nanoprobe Application Technologies," J. of Korean Society of Pre. Eng., 20,5~14,2003.
- Cappella, B., Sturm, H., Weidnet, S.M., "Breaking polymer, 43, 4461-4466, 2002.
- Wiesauer, K., Springholx, G., "Fabrication of Semicomductor nanosturctures by nano-indentation of photo resist layers using atomic force microscopy," J. Appl. Phys.,88,7289-7297, 2000.
- X. Li and B.Bhushan, "Fatigue studies of nonoscale structures for MEMS/NEMS applications using nanoindentation techniques,"Surface and Coatings Technology, 163-164, 521-526, 2003.
- Malcolm P. Stevens., "Polymer Chemistry," Oxford University Press New York, 1999.
- Chung-jen Lu and D.B.Bogy., "The effect of tip radius on nano-indentation hardness tests,"Int. J. Solids Structure, 32,1759~1770,1995.