

가공면미세결함의 나노 인프로세스 측정을 위한 AFM시스템의 개발

권현규[†] · 최성대* · 박무훈**
(2001년 8월 23일 접수, 2002년 1월 8일 심사완료)

Development of an AFM-Based System for Nano In-Process Measurement of Defects on Machined Surfaces

Hyunkyuu Kweon, Seongdae Choi and Muhun Park

Key Words: Atomic Force Microscopy(원자간힘현미경), Defect(결함), Bending(굽힘), In-Process Measurement(인프로세스 측정), Profile Measurement(형상측정)

Abstract

This paper examines a new in-process measurement system for the measurement of micro-defects on the surfaces of brittle materials by using the AFM (Atomic Force Microscopy). A new AFM scanning stage that can also perform nano-scale bending of the sample was developed by adding a bending unit to a commercially available AFM scanner. The bending unit consists of a PZT actuator and sample holder, and can perform static and cyclic three-point bending. The true bending displacement of the bending unit is approximately 1.8mm when 80 volts are applied to the PZT actuator. The frequency response of the bending unit and the stress on the sample were also analyzed, both theoretically and experimentally. Potential surface defects of the sample were successfully detected by this measurement system. It was confirmed that the number of micro-defects on a scratched surface increases when the surface is subjected to a cyclic bending load.

1. 서 론

최근, 유리·세라믹과 같은 취성재료는 산업전반에 걸쳐 광범위하게 사용되고, 그 적용범위도 널리 확대되어져 가고 있다. 그러나 이러한 취성재료의 변형과 파괴기구에 대해서는 아직 밝혀지지 않은 부분이 많이 남아 있다. 그 중에서도 크랙(crack)과 같은 결함의 발생기구와 그것의 평가기술에 대하여 많은 숙제로 남아 있다. 이러한 것을 해결하기 위해서는 각종 응력조건에서의 실시간 측정(인프로세스 측정)이 필요하다.⁽¹⁾ 또한,

인프로세스측정이 가공 후의 재료의 잠재결함 등의 관찰뿐만 아니라 재료의 기계적 특성을 해명하는 점에서도 그 유효성이 확인되었다.⁽²⁾ 그러나, 대부분의 취성재료는 미소결함이 발생하기 쉽고, 특히 나노미터(nanometer)단위의 미소결함이 존재할 가능성이 높다.⁽²⁾

한편, 관찰·평가측면에서는 금속과 세라믹 재료를 포함한 모든 재료가 미세화 또는 미소화에 대한 연구가 진행되고 있다. 미세화의 예로서, 펄라이트와 시멘타이트의 층상조직인 펄라이트 강신선재(鋼伸線材)를 들 수 있다. 이 강은 큰 철교의 로우프, 타이어의 강화 철사로서 연간 100ton 이상이 사용되고 있지만, 최근에는 5GPa의 강도가 요구된다. 이러한 고강도를 실현하기 위해서는 시멘타이트 간격이 10nm 단위의 미세 조직이 요구되며, 그 사이의 펄라이트의 변형거동의 해명이 개발의 포인트가 되고 있다.⁽³⁾ 또한, 미소화

[†] 책임저자, 회원, 금오공과대학교 기계공학부
E-mail : hkkweon@kumoh.ac.kr
TEL : (054)467-4218 FAX : (054)467-4472

* 회원, 금오공과대학교 기계공학부

** 창원대학교 전자공학과

의 예로서 반도체소자중의 박막구조를 들 수 있다. 박막구조의 배선의 경우, 폭과 깊이는 $1\mu\text{m}$ 이 하이기 때문에, 탄성률과 잔류응력의 평가가 중요한 문제가 되어 있다.⁽³⁾ 이러한 미세화와 미소화된 재료의 기계적 특성의 인프로세스 측정방법은 주로 광학현미경(Optical Microscopy)^(1,4) 또는 주사형 전자현미경(Scanning Electron Microscopy)^(5,6) 등을 사용했다. 주사형 전자현미경에 의한 표면 해석은 표면변형원인의 규명과 금속표면 기구의 연구에 있어서도 필수적인 수법이며, 최근에는 주사형 전자현미경 상의 입체해석 및 그 응용 예⁽⁷⁾도 보고되었다. 그러나, 주사형 전자현미경사진으로부터의 2차원의 정성적인 데이터정보가 주된 자료로써 사용되고 있으며, 분해능도 μm 단위로 제한되어져 있다. 또한, 광학 현미경을 이용하는 방법은 높은 종분해능을 가지고 있지만, 횡분해능이 낮기 때문에 그 사용에 한계가 있다. 한편, 주사형 프로브 현미경인 STM(Scanning Tunneling Microscopy)과 AFM(Atomic Force Microscopy)은 고배율 관찰 능력과 미세가공이 가능하여, 앞에서 진술한 미세 조직과 미소시험편의 관찰·평가에 대하여 우수하다.^(8,9) 특히, AFM을 비롯한 SPM(Scanning Probe Microscopy)은 nm 단위로 종래에는 없었던 높은 공간분해능을 가지고 있어 종래에 알지 못했던 극미세 표면형상을 측정·평가하는 기구로서 이용하고 있다. 특히, 절연물에도 측정이 용이하여, SPM 중에서도 형상평가 기구로서 많이 사용하고 있다.⁽⁹⁾

본 논문에서는 취성재료의 변형, 파괴문제의 해결의 시발점으로써, 각종 응력조건하에서의 결합의 실시간 측정, 즉, 인프로세스 측정방법을 통하여, 그 변화를 SPM(AFM)으로 관찰했다. 직접 제작한 계측가공일체형 평가장치⁽¹⁰⁾와 상용 AFM 유닛(일본 精工電子製 SPA300)를 이용하여 실리콘 단결정체에 미세 스크래칭(Scratching)실험을 행한 후, 그 부분을 단순 및 반복 굽힘응력상태에서 가공시 발생한 잠재결합의 존재와 균열발생 거동에 대하여 관찰 분석하였다.

2. 실험방법

2.1 실험장치의 구성

Fig. 1은 원자간힘현미경(AFM)과 부가장비를

첨가한 장치의 개념도이다. 원자간힘 현미경은 상용화되어진 장비(SPA300 : 일본 精工電子)를 이용하였고, 3점굽힘 방식의 원리를 이용한 장치를 부가함으로써, 표면에 응력이 가하여진 상태에서의 인프로세스측정이 가능하도록 했다. 전체 시스템은 AFM 프로브부분, 주사부, 각도검출부 및 시료의 굽힘응력제어를 위한 굽힘부 등으로 구성하였다. 굽힘부는 스캐너상의 스테이지위에 3점굽힘에 의한 미소부하하중을 발생시킬 수 있는 적층 PZT를 이용했다. 사용된 시험편은 반도체 재료로써 널리 사용되는 실리콘 단결정체를 길이 20mm, 폭 20mm, 두께 $200\mu\text{m}$ 의 굽힘 시험편을 제작하고 그 위에 스크래칭 및 미소 정도 압자를 생성시켜, 단순 및 반복굽힘시험을 할 수 있도록 시료 양단을 지그에 의해 지지하도록 하였다. Fig. 2는 적층PZT에 의한 3점굽힘의 개념도이다.

2.2 굽힘부의 기본 특성

2.2.1 굽힘변위특성

변위의 기준으로써 용량형변위저를 이용하여, Fig. 3과 같은 방법으로 시료의 굽힘변위특성을 조사했다. 용량형변위저는 측정범위가 $\pm 5\mu\text{m}$ 을 사용했다. 양지지점 A와 A'가 중심점 O에서의

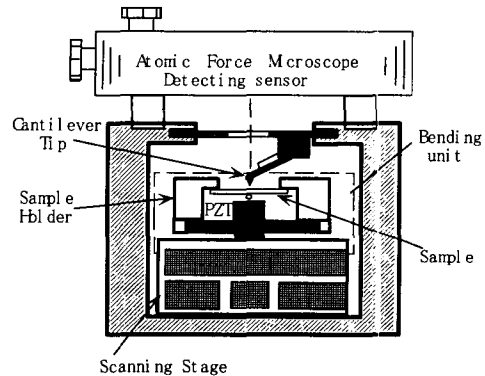


Fig. 1 In-process measurement system

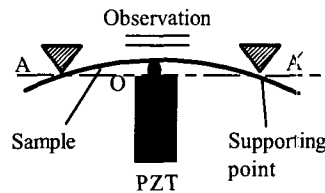


Fig. 2 Bending Method

PZT 인가전압에 의해 변위가 발생하여, O점에서의 변위만으로는 실제의 변위를 명확히 구할 수 없기 때문에 양지점 A와 A'의 변위량을 구해 중심부분의 값을 구할 수 있었다. Fig. 4는 변위량의 측정결과이다. 이 결과에서 알 수 있듯이 PZT의 전압변화를 90Volt로 할 경우에는 시료 중앙부에 발생하는 실제의 변위량은 1.8 μ m인 것을 알 수 있다.

2.2.2 굽힘부의 주파수특성

본 연구에서는 미소굽힘하중 상태에서의 실험과 함께, 반복하중에 의한 실험을 하여 표면에 응력을 발생시킨다. 따라서, 굽힘부의 외부반복하중에 의한 공진이 발생하는 한계주파수범위를 결정할 필요가 있다. Fig. 5는 굽힘부의 PZT에 정현파 파형을 입력했을 때의 주파수 특성을 조사한 결과이다. 이 결과로부터, 안정된 반복하중실험을 위해서는 10kHz이하의 주파수 범위에서의 실험이 필요하다.

2.2.3 시험편에 발생하는 응력

시험편에 작용하는 굽힘량을 결정하기 위해서, PZT의 하중에 의해 발생하는 시료면의 응력과 하중량과의 관계를 고찰할 필요가 있다. 양단지지보의 굽힘이론으로부터 보의 중립축(Neutral Axis) 주위를 모우멘트 M 이 가해질 때, 기울기 각 θ 의 변화가 발생하며, 그 때의 기울기량 방향(y방향)의 굽힘방정식은 다음 식으로 표현되어 진다.⁽¹¹⁾

$$\frac{EI d^2y}{dx^2} = M, \tag{1}$$

여기서, E는 재료의 탄성율, I는 재료의 단면2차 모우멘트이다. 식 (1)을 계산하여, 최대모우멘트 M_{max} 를 구하면 식 (2)와 같이 표현된다.

$$M_{max} = \frac{12EL\delta}{L^2}, \tag{2}$$

또한, 최대응력 σ_{max} 는.

$$\sigma_{max} = \frac{Et}{2R} = \frac{M_{max}t}{2I}, \tag{3}$$

이 된다. 단, t는 시료의 두께, δ 는 시료의 기울기량, R은 곡률반경이다. 식 (3)을 식 (2)에 대입하면, 다음 식이 된다.

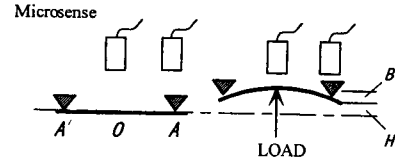


Fig. 3 True bending displacement (B: True bending displacement, H: supporting displacement)

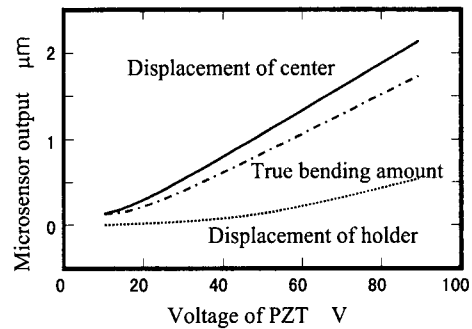


Fig. 4 Measured bending displacement

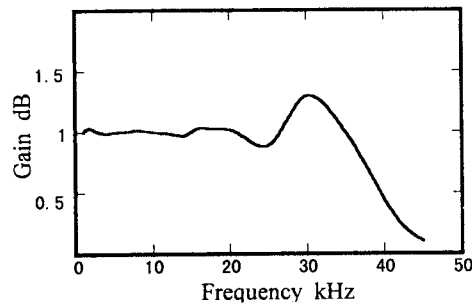


Fig. 5 Frequency response of bending unit

$$\sigma_{max} = \frac{6Et\delta}{L^2}, \tag{4}$$

이상의 관계식으로부터 σ_{max} 와 δ 의 관계를 구한다. 또한, 식 (2)로부터 M_{max} 를 구하여, 하중 P를 다음 식으로 나타낸다.

$$P = \frac{2 \sigma_{max} bt}{3L}, \tag{5}$$

본 연구에는 두께 $t=200\mu$ m, $E=130$ GPa, $b=20$ mm의 실리콘을 이용했다. 실제에는 미소굽힘에 의한 재료표면의 관찰을 위해, 실험에서는 중앙점의 굽힘량을 0.5 μ m으로 하고 있다. 위의 식에서 δ 를 0.5 μ m로 해서 계산하면, 최대응력은 780kPa, 하중 P는 42mN, 최대전단응력은 2.6kPa이었다.

3. 실험 결과 및 고찰

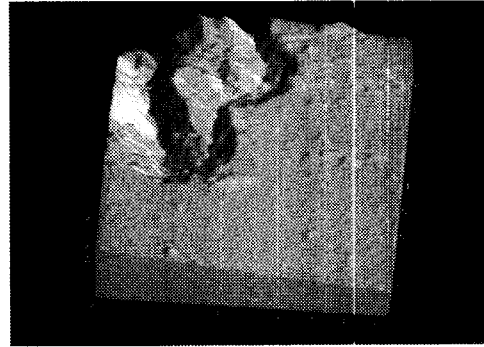
3.1 굽힘하중에 의한 결함의 인프로세스측정

시험편의 미소굽힘실험 및 표면의 관찰은 직접 제작한 마이크로가공시험기⁽¹⁰⁾와 Fig. 1의 부가장치를 첨가한 AFM을 이용했다. 우선, 마이크로가공시험기를 이용하여 마이크로 스크래칭(Scratching)실험을 하였다. 스크래칭된 시험편을 스테이지위에 두고 굽힘부의 PZT에 전압을 인가하면 시험편은 굽힘하중을 받게 된다. 이 때, PZT에 전압의 인가에 따라 가공면 즉위가 변화를 일으키고, 이를 AFM을 사용하여 측정하였다.

Fig. 6(a)과 Fig. 6(b)는 전압발생 전과 40V의 전압발생 후의 AFM 측정결과이다. 이 결과에서 시료대 위의 PZT의 변위를 발생시킴으로써 시료의 미소 굽힘과 Fig. 6(a)에서는 측정되지 않았던 가공부위의 잠재결함의 존재가 Fig. 6(b)과 같이 확인되었다. 또한, Fig. 6(c)는 PZT에 걸려 있던 전압을 제거하여 원래의 상태로 회복한 후, 측정된 결과이다. 이 결과에서는 Fig. 6(b)에서 관찰되었던 결함은 관찰되어지지 않고, Fig. 6(a)의 상태로 되돌아 간 것을 알 수 있다. 이것은 실리콘 단결정체에서 슬립이 가장 쉽게 일어나는 결정면은 (111)면이다.⁽¹²⁾ 본 실험에서는 시험편에 부가되는 굽힘하중방향은 결정면(001)면의 법선방향인 <001>방위와 같은 방향으로 부가하였고, 또한 스크래칭 가공방향이 <100>방위와 동일방향으로 실시하였다. 따라서 관찰된 결함은 가공에 의한 슬립으로 사료되며 이 슬립면은 (111)결정면으로 생성되었다고 생각된다.

3.2 반복 하중에 의한 결함의 인프로세스측정

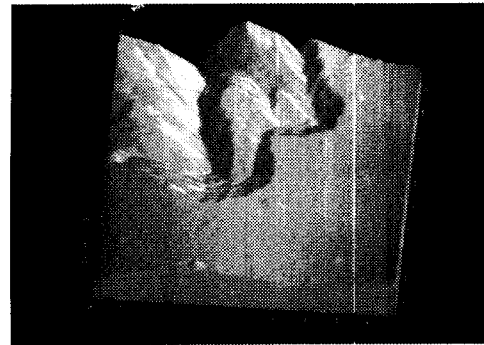
재료의 반복 굽힘 하중에 의한 스크래칭 주위의 잠재결함 및 결함의 발생상태를 조사하기 위하여, AFM시료대의 굽힘부의 PZT를 주파수 발생기를 이용하여 반복 굽힘 실험을 하였다. 시료는 2가지를 사용하였다. 첫 번째는, 단순굽힘응력 실험에 사용한 마이크로 가공시험기를 이용하여 스크래칭한 시료이고, 두 번째는, 초정밀 마이크로 경도측정기(Dynamic ultra-microhardness tester)로 압입자국(Indentation mark)을 만든 시험편을 사용했다. 우선, 단순 굽힘 실험에서의 이용한 마이크로가공시험기로 스크래칭을 한 후, 지그를 사용해 시험편을 고정하여 굽힘부의 PZT에 임의



(a) Measured result before static bending



(b) Measured result during bending



(c) Measured result after static bending

Fig. 6 Measured results under the condition of bending($10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m} \times 0.5\mu\text{m}$)

Table 1 Experiment conditions

Condition	Deflection	Frequency	Processing Time
Amount	500nm	10kHz	$(0.6 \sim 1.8) \times 10'$ times

의 주파수 파형(정현파)을 발생시킨다. 그것에 의해 시료에 진동이 발생하여, 재료내부의 잠재결합이 피로에 의해 발생하는 것을 AFM을 사용하여 연속적으로 관찰하는 것을 목적으로 한다. Table 1에서는 정현파형을 이용한 반복 하중실험 조건을 나타내고, 여기서 사용한 것은 앞 절에서의 단순굽힘시험에서와 같은 양의 진폭(변위량)을 사용하였다. Table 2는 초미소경도계의 사양을 나타낸다.

Fig. 7은 시험편이 90분(1.8×10^7 회)동안 반복 굽힘 하중을 받은 후의 결과이며, 다수의 결합이 발생되어져 있음을 알 수 있다. Fig. 8은 각각의 단순 굽힘 하중과 반복 굽힘 하중이 작용하고 있을 때의 깊이 방향의 크기를 나타낸 것이다. 이 결과에서는 반복 굽힘 하중이 작용할 때가 단순 굽힘하중 상태보다 그 깊이가 커지며, 반복회수가 증가함에 따라 결합의 깊이도 증가함을 나타내고 있다. 따라서 가공에 의해 생성된 미소균열이 반복 굽힘 하중에 의해 진전되는 것을 알 수 있다.

Fig. 9는 미소경도계에 의한 압인 시험편의 압자주위를 AFM으로 관찰한 결과이다. 압자 주위에는 결합이 관찰되지 않은 것을 알 수 있다. Fig. 10는 Fig. 9의 시험편에 반복굽힘하중을 Table 1과 같은 조건으로 실험한 결과를 나타내었다. 반복 굽힘 하중을 받은 후의 압자 주위에는 많은 결합이 발견되었다. 따라서 반복 굽힘 하중에 의하여 새로운 결합이 생성되었음을 알 수 있다. 단순 굽힘 하중 실험의 결과에서 결합의 생성은 슬립에 의한 것으로 특히 (111)면으로 슬립이 발생하였다. 따라서 반복 굽힘 하중 실험에서도 결합이 (111)면의 슬립면에 의해서 생성되었으리라 생각된다. 표면의 굴곡이 생성된 것은 반복 굽힘 하중으로 인한 슬립면에 따른 돌출 및 골의 형성으로 이루어진 것이라 생각된다. Fig. 12에서 깊이의 폭과 돌출부의 폭의 정도가 적게 나타난 것은 측정된 방향이 (111)면의 슬립면에 대하여 사선 (45°)으로 측정되었기 때문이다. 이상의 결과에서처럼, 취성재료의 균열 선두부에는 온도 및 하중 등에 의해 취성균열선단변형이 발생하여, Fig. 11과 같은 결과가 보고되어져 있다.⁽³⁾ 본 연구에서도 Fig. 11의 압자주위를 측정된 측정선과 Fig. 9과 Fig. 10의 측정선을 비교해 보면, 그 측정선에 전위가 발생하는 같은 결과를

Table 2 Dynamic ultra-microhardness tester

Name(Type)	Dynamic ultra hardness tester(DGF - 0.2K)
Load range	0.1 ~ 1960mN
Sensitivity	200nN
Measurement range of indentation depth	0 ~ 10 μ m
Indentation shape	Triangle(115 $^\circ$)

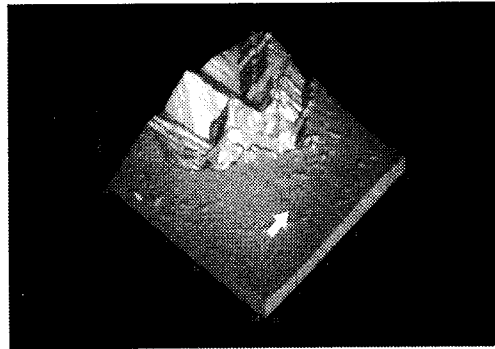


Fig. 7 Measured result of cyclic-bending

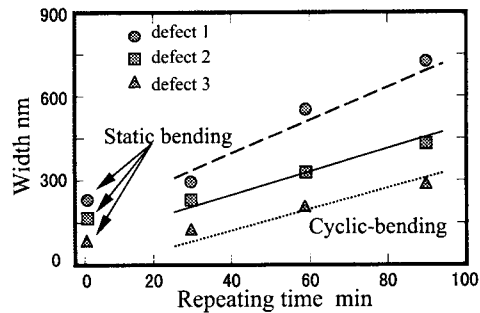


Fig. 8 Change in depth of defects versus repeating time

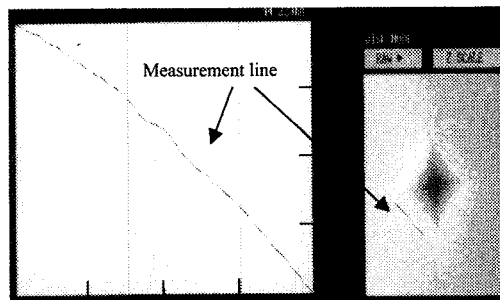


Fig. 9 Results measured before cyclic-bending ($4\mu\text{m} \times 0.04\mu\text{m}$)

확인할 수 있었다. 그러나, 반복하중에 의한 선단부의 크랙의 발생은 발견되지 않았다.

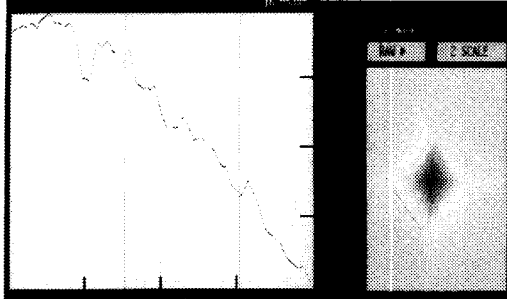


Fig. 10 Results measured after cyclic-bending

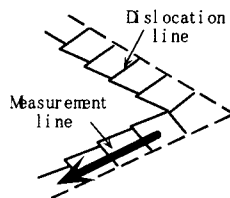


Fig. 11 The method of analysis obtained date

4. 결 론

취성재료의 변형, 파괴특성을 파악하기 위한 첫 번째 단계로서, 각종 응력조건에서의 결함의 실시간 측정, 즉 인프로세스 측정을 나노단위 측정이 가능한 AFM을 개량하여 기초적 실험과 고찰을 하였다. 이상을 정리하면 다음과 같다.

(1) 시판되고 있는 원자간 힘 현미경(AFM)의 시료대를 개량함에 의해서, 시료면에 반복 굽힘 응력을 가한 상태에서 인프로세스 측정이 가능한 시스템을 구성할 수 있었다.

(2) 스크래칭된 가공부 주위를 단순 굽힘 하중 시험으로 가공시 발생한 잠재결함의 존재를 확인할 수 있었다.

(3) 시료대의 PZT의 반복 굽힘 하중에 의한 가공면의 결함의 발생이 관찰되어졌고, 반복 굽힘 하중의 증가와 더불어 결함의 진행을 확인할 수 있었다.

(4) 반도체 재료로 널리 사용된 실리콘 단결정체의 스크래칭 가공에 의한 미소결함이 발생하는 것을 AFM으로 관찰되었고, 이 결함은 (111)면으로 생성되는 슬립에 의한 것이라 추정된다. 또한 반복 굽힘 하중에 의한 슬립의 증가와 가공면 주위의 표면이 요철모양의 형태로 나타나는 것을 확

인하였다.

후 기

실험에 협조하여 주신 일본동북대학교 나노계측연구실의 기요노(清野)교수와 고(高)조교수에게 깊은 감사를 표하며, 본 연구는 2000년 금오공과대학교 학술연구비에 의해 정리된 논문입니다.

참고문헌

- (1) Satoru Takahasi, 1996, "Study on Nano-Inprocess Measurement of Silicon Wafer Surface Defects by Laser Scattered Pattern," *Proc. of ISMT'2*, JAPAN, pp. 243~250.
- (2) Joe, A. and Ikeda, I. "Aprecise Measurement of Deflection Occurred by Repeat Loading for Brittle Materials," *J. Japan Soc. Prec. Eng.*, Vol. 59, No. 7, pp. 1085~1090.
- (3) Matsuoka, S., 1996, "On the Current State of Observation and Evaluation of Metal and Ceramics Samples by STM/AFM," *Optical and Electro-Optical Engineering Contact*, (in Japanese), Vol. 35, No. 5, p. 227.
- (4) Groot, P.D. and Deck, L., 1995, "Surface Profiling by Analysis of White-light Interferograms in the Spatial Frequency Domain," *J. Modern Optics*, Vol. 42, No. 2, pp. 389~401.
- (5) Page, Trevor F., 1992, "The Deformation Behavior of Ceramic Crystals Subjected to Very Low (nano)Indentation," *J. Mater. Res.*, Vol. 7, No. 2, pp. 450~471.
- (6) Kalnas, C.E., Mansfield, J.F., Was, G.S. and Jones, J.W., 1994, "In Situ Bend Fixture for Deformation and Fracture Studies in the Environmental Scanning Electron Microscope," *J. Vac. Sci. Technol. A*, Vol. 12, No. 3, pp. 883~885.
- (7) 高野, 増田, 1991, 鐵と鋼, (in Japanese), 77-2, p. 298.
- (8) Hasegawa, T., Hosaka, S. and Hosoki, S., 1992, "In Situ Observation of Gold Adsorption onto Si(111) Surface by Scanning Tunneling

- Microscopy," *Jpn. J. Appl. Phys.*, Vol. 31, pp. L1492~1494.
- (9) Rozlosnik, N., Bohus, L.S., Birattari, C. and Gadioli, E., 1994, "Direct Observation of Latent Nuclear Tracks in Organic Material by Atomic Force Microscopy," *Nanotechnology*, Vol. 8, pp. 32~34.
- (10) Kweon, H.K., Kuriyagawa, T. and Kiyono, S., "Basic Study of Micromechanical Processing," *Proc. of ICPE'96, CHINA*, pp. 211~214.
- (11) Timoshenko, Stephen P. and Young, D.H., "Element of strength of materials," Maruzen Asian Edition, p. 197.
- (12) 米永一郎, 1998, "シリコンの強度," *Materia Japan*, Vol. 37, No. 12, pp. 1018~1025.