테 마 기 획

나노 인덴테이션 시험의 원리 및 응용

• 한 준 희 ▌한국표준과학연구원 물질량표준부, 선임연구원
e-mail : juny@kriss.re.kr

이 글에서는 나노 인덴테이션 시험의 원리와 응용 사례를 소개하고 신뢰성 있는 결과를 얻기 위한 시험방법과 객관성 있는 결과 해석 방법에 대하여 소개한다.

산업 수준이 향상됨에 따라 의료, 산업계측, 반도체, 정밀전자, 정보통신, 우주항공 등의 분야에서 전자, 기계적 기능을 복합적으로 수행하는 고집적, 미세화 된 소형가공 부품에 대한 요구가 증대되고 있다. 기계적 특성평가에 대한 필요성이 제기된 것은, 핵심 미소가공 제품을 성공적으로 상업화 할 수 있을지 여부가 이들 제품을 이루고 있는 요소재료의 변형 혹은 파괴 특성에 의해 영향을 받을 수 있다는 사실을 깨닫고 부터이다. 예를 들어 VLSI 제품의 경우, 여러 조건에서 유전막에 균열이 일어나거나 부풀어오르면서 금속 도선이 지지층으로부터 분리 혹은 변형되는 현상이 발견되었다. 게다가 저 유전물질과 구리를 사용하여 집적도를 더 높이는 경우 그 제조 공정 중에는 CMP(Chemical Mechanical Polishing) 과정, 다층 적층 과정 등 도선 및 유전 물질에 응력이 걸리게 하는 공정이 필수적으로 포함되며, 이것은 도선 및 공정 박막의 기계적 안정성에 치명적인 역할을 한다.

제품의 기능 수행에 부정적인 영향을 미칠 수 있는 이와 같은 현상은 벌크(bulk)재료의 특성으로부터 예측하기는 어렵다. 그 이유는 미소가공 제품이 구조적으로 크기가 작기 때문이거나 혹은 이 구조물을 이루고 있는 부분들의 미세구조(phase의 종류, 모양, 구조 등)가 벌크(bulk)재료의 경우와는 달리 비정상적이기 때문인데 이 미세구조는 제작 방법에 따라 달라질 수 있으며, 결과적으로 도선이나 유전막과 같은 박막 형태 요소부분의 기계적 특성을 바꾸게 된다.

수μm 혹은 그 이하 두께 박막의 기계적 특성을 측정하기 위한 가장 유력한 방법은 나노인덴테이션 방법(nanoindentation 혹은 depth sensing indentation 방법)으로 이 방법은 뾰족한 압자를 수 mN 크기의 하중으로 박막에 압입하며 박막을 나노메터 스케일로 변형시켜서 박막의 경도와 탄성계수 등 기계적 특성을 평가하는 방법으로 현재 ISO 등 국제 표준화기구를 통해 표준화가 진행 중이다.

이 방법의 특징은 압자를 압입하며, 측정한 하중과 변위 자료로부터 기계적 특성을 측정하는 것으로, Vickers와 같은 일반 경도와는 달리, 압입 흔적이 너무 작아 그 크기를 쉽게 측정할 수 없는 경우에도 기계적 특성을 측정할 수 있는 방법이다.

이 글에서는 나노 인덴테이션 시험의 원리와 응용 사례를 소개하고 신뢰성 있는 결과를 얻기 위한 시험방법과 객관성 있는 결과 해석 방법에 대하여 소개한다.

나노 인덴테이션의 원리

경도 및 탄성계수 측정

나노 인덴테이션 방법에 의한 압입시험 중에 측정하는 것은 압입하중 P, 표면으로부터의 압입깊이 h, 시간 등이며, 이 데이터로부터 탄성계수 E와 경도 H를

산출한다. 탄성계수는 아래 식 (1)에 표시한 Sneddon 강성 산출식[1]으로부터 산출하는데 이 식은 압자의 모양이 원뿔형태일 때를 기준으로 한 것으로 다른 형태의 압자로 시험하는 경우 압자 형상 보정상수 β를 곱하여 식 (2)를 사용하여 산출한다.

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}}\sqrt{AE_r} \qquad (1)$$

$$E_r = \frac{1}{\beta}\frac{\sqrt{\pi}}{2}\frac{S}{\sqrt{A}} \qquad (2)$$

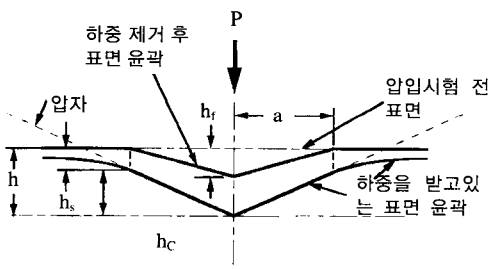

그림 1 압입시험 변형 양상 도식도[2]

여기서 강성(stiffness) S는 하중 제거 곡선의 최대하중 부분의 기울기로부터 구하며 압자형상 보정상수 β는 구형 혹은 원추형 압자의 경우 1, 사각 뿔 형태의 Vickers tip의 경우 1.012, 삼각뿔 형태의 Berkovich tip의 경우 1.034이다. E_r 은 환산탄성계수로 시편의 탄성계수 E_s, 압자의 탄성계수 E_i와 다음의 관계를 갖으며 최종 목적 결과는 E_s이다.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu_s^2)}{E_s} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \qquad (3)$$

여기서 ν_s 와 ν_i는 각각 시편과 압자의 포아송비(Poisson's ratio)로 여기서 E_i와 ν_i는 알고 있어야 하는데 다이아몬드 압자의 경우 E_i = 1141 GPa, ν_i = 0.07이다.

시편의 경도는 압입하중과 접촉투영면적(contact area) data로부터 계산할 수 있는데 그 관계는 다음과 같다.

$$H = \frac{P}{A} \qquad (4)$$

여기서 접촉투영면적 A는 접촉깊이(contact depth) h_c의 함수로 실험적으로 얻는다. h_c는 총 변형량 h 와 탄성 변형량 h_s의 차이로 식 (5)와 같이 표시할 수 있는데 각각의 개념을 도식적으로 표시하면 그림 1과 같으며 하중-변형 곡선에서의 의미는 그림 2에 표시한 바와 같다.

$$h_c = h - h_s = h - \varepsilon\frac{P}{S} \qquad (5)$$

단, ε은 압자선단 형상 상수로 평면압자(flat punch)의 경우 1, 포물선 모양 혹은 삼각뿔 모양의 경우 0.75, 원뿔모양의 경우 0.72이다.

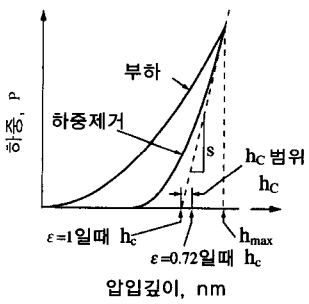

그림 2 압자 이동거리에 따른 하중 변화 도식도 : 분석에 사용한 접촉깊이의 개념을 나타냄[2]

강성 연속측정법

앞에서 설명한 기본적인 나노인덴테이션 시험(이후 기본 방법이라고 함)에서는 최대 압입 하중으로부터 하중을 제거할 때의 기울기로부터 강성을 얻기 때문에($S=dP/dh$) 최대 압입 깊이에서의 물성만을 얻는다. 그러나 기본적인 하중제어 혹은 압입 깊이 제어 과정에 비교적 높은 진동수(45Hz)의 진동을 첨가하면 한 번의 시험으로 연속적인 강성을 얻을 수 있으며, 이 자료로부터 압입 초기부터 최대 압입 깊이까지의 연속적인 물성을 얻을 수 있다. 이때의 진폭은 원래의 압입과정이 영향을 받지 않을 정도로 적도록 (1nm 혹은 0.3 μN)해야 한다. 이 강성 연속측정법(CSM : Continous Stiffness Measurement) 방법을 이용한 시험에서는 변형진폭(h_0)과 하중진폭(F_0) 그리고 하중진동과 변형진동 사이의 위상각 차이(ϕ)를 측정하는데

$$\left|\frac{F_o}{h_o}\right| = \sqrt{((S^{-1}+C_f)^{-1}+K_S-m\omega^2)^2+(\omega D)^2} \qquad (6)$$

$$\tan\phi = \frac{\omega D}{(S^{-1}+C_f)^{-1}+K_S-m\omega^2} \qquad (7)$$

$$S = \left[\frac{1}{\frac{F_o}{h_o}\cos\phi-(K_S-m\omega^2)} - C_f\right]^{-1} \qquad (8)$$

$$D_S\omega = \frac{F_o}{h_o}\sin\phi - D_i\omega \qquad (9)$$

이 값을 식 (8) 혹은 식 (9)에 대입하여 시편의 강성(S)과 감쇠(damping) 상수(D_s)를 얻는다[2]. 강성외 감쇠상수를 얻기 위한 식은 식 (6), (7)과 같이 정리할 수 있다.

식 (6), (7)을 동시에 시편의 강성 (S)과 감쇠상수 (D_s)에 대하여 풀면 식 (8), (9)와 같다.

단, 식(8), (9)에서 C_f = 하중축의 컴플라이언스(compliance), (약 1.13 m/MN), K_s=압자지지 스프링의 강성(약 60 N/m), D_s, D_i = 시편과 압자의 감쇠상수, F_0 = 하중진폭, h_0 = 변형진폭, ω = 진동수(45 Hz), ϕ=하중진동과 변형진동 사이의 위상각 차이, m = 압자뭉치(6g)이다. 여기서 C_f, K_s, D_i 등은 시험전 교정과정을 통해 미리 정해진다.

나노 인덴테이션 결과의 신뢰성 및 적용

나노 인덴테이션 시험 방법의 신뢰성

나노 인덴테이션 방법으로 신뢰성 있는 결과를 얻기 위한 시험 조건으로 Oliver[2] 등은 최종 하중제거전에 세 번의 반복하중 가하기와 100초 동안의 최대하중유지 과정을 삽입하기를 추천하고 있다. 그 이유는 각각 역소성변형(reverse plasticity) 영향과 시간 의존적인 소성변형의 영향을 최소화하여, 소성변형 요소가 완전히 제거된, 가역적인 순수한 탄성변형에 의한 최종 하중제거곡선을 얻기 위한 것이다. 그러나 한준희[3]에 의하면 위와 같은 시험 조건을 필요로 하는 재료는 적으며, 오히려 측정값에 영향을 주지 않는 범위에서 가능한 각 압입 시험 시간을 짧게 하는 것이 중요하다고 하였다. 그 이유는 시험기 혹은 시편 주위의 온도 변화에 의한 영향을 최소화하기 위해서이다. 주위 온도가 ± 1°C 이내로 유지되고 있는 방에 시험기가 설치되어 있더라도 미세한 온도 변화는 시험기와 시편을 팽창 혹은 수축시키며, 이 영향은 시편의 변형 형태로 시험결과에 포함된다. 이 영향을 제거하기 위한 방법으로, 압입 시험의 최종 하중제거 과정에 최대 하중의 10% 미만의 하중에서 30~50초 동안 하중을 유지하며, 변위 변화 속도(thermal drift rate)를 측정하여 아래의 식을 사용하여 교정된 변형량을 산출하는 방법을 추천한다. 여기서 알 수 있듯이 한 압입 시험 공정의 시간이 길어질수록 시험 과정 중에 thermal drift rate가 변화할 가능성이 크며, 따라서 평균 thermal drift 계산에 의한 thermal drift 영향 교정이 효과적으로 이루어질 수 없다.

교정변형량 = 변형량 − (평균 thermal drift rate) ×시간

그림 3은 fused silica의 경도와 탄성계수를 기본 방법과 CSM 방법을 사용하여 측정하고 비교한 결과이다. 기본방법 시험의 경우 두 번의 반복하중 가하기와 50초 동안의 최대하중 유지 후 최종 하중제거 곡선으로부터 탄성계수와 경도를 계산하였으며, CSM 방법 시험의 경우 반복하중 가하시와 최대하중 유지 과정 없이 첫 번째 가하중 곡선으로부터 탄성계수와 경도를 계산하였다. 두 방법에 의한 결과가 잘 일치함을 알 수 있다. 기본방법 시험의 경우 반복하중 가하기와 최대하중에서 하중을 유지하는 과정을 생략하여도 측정값이 위 결과와 일치하며, 오히려 불확도가 감소하는 것을 확인하였다. 또한 CSM 방법 시험 결과 중 경도값을 보면 130nm 이상의 압입 깊이에서는 9.2GPa 근처의 균일한 값을 나타내나, 그 이하의 깊이에서는 압입 깊이가 감소함에 따라 감소하는 것을 알 수 있는데 이는 130nm 이하의 깊이에서는 fused silica가 완전 탄성변형 양상을 나타내기 때문이다. 압자와 시편의 표면 접촉에 의한 초기변형은 탄성반구의 마찰 없는 접촉 모델로 해석할 수 있는데 이 경우에

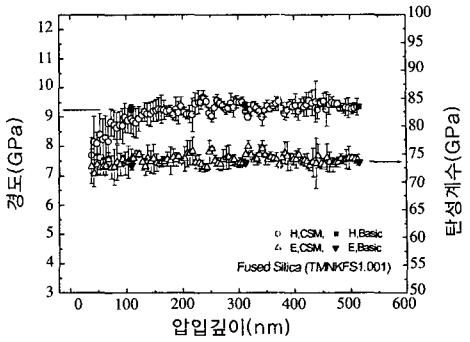

그림 3 Fused silica의 경도와 탄성계수를 압입깊이에 따라 측정한 결과 : CSM 나노인덴테이션 방법과 기본 나노인덴테이션 방법으로 측정한 결과가 잘 일치하는 것을 알 수 있다

표 1 나노인덴테이션 방법으로 측정한 탄성계수와 경도와 문헌에 보고된 값 혹은 비커스 경도 시험법으로 측정한 값의 비교. ±기호 이수의 숫자는 표준불확도를 나타냄

재 료	타방법 측정값 (GPa)	나노인덴테이션 방법 측정값(GPa)
알루미늄 단결정	E = 70.4[5] H = 0.26±0.013	E = 70.8±0.1 H = 0.28±0.0016
Fused Silica	E = 72[5] H = 9.2±0.12	E = 73.5±0.45 H = 9.4±0.1
규소 단결정 (111)n+ doped	E = 168[6] H = 12.35±0.4	E = 174±1 H = 12.5±0.08

대한 Johnson의 탄성접촉(Hertzian contact)이론 해석에 의하면[4] 압력(p_m)즉, 경도(H)와 총 변형량(h)의 관계를 식(10)과 같이 나타낼 수 있다고 하였다. 여기서 R은 압자선단의 곡률 반경이다.

$$p_m = H = \frac{4}{3\pi}\frac{Er}{R^{1/2}}h_{1/2} \qquad (10)$$

Fused silica는 결정방향, 압입깊이 등이 경도 및 탄성 특성에 미치는 영향이 없다고 알려져 있는 물질이다. 알루미늄 단결정과 실리콘 단결정도 이와 같은 특성을 갖는 물질인데, 이들의 경도와 탄성계수를 나노 인덴테이션 방법으로 측정하고 문헌상에 보고되어 있는 값 혹은 마이크로 비커스 시험방법으로 측정한 값과 비교해 보면 표 1과 같다. 여기서 비커스 시험 방법으로 측정한 경도는 HV [kgf/mm2]/ 94.53 = H_{NI} [GPa]관계[7]를 이용하여 환산하였다. 이 시험결과에 의하면 나노 인덴테이션 방법으로 측정한 탄성계수와 경도 값이, 알루미늄의 경도값을 제외하고, 기존 보고된 값들과 5% 이내의 차이만을 보이며, 일치하는 것을 알 수 있다. 이것은 나노 인덴테이션 방법에 의한 시험결과가 신뢰성이 있음을 나타내며, 기존 방법에 의한 측정값과 직접적으로 비교할 수 있음을 의미한다.

산질화 규소(SiON) 박막의 경도 및 탄성계수 측정

반도체 공정박막으로 활용되는 산질화 규소 박막은 기계적 내구성에 대한 정확한 평가가 요구되는 박막이다. 이번 응용 시험을 위하여 제작한 박막은 플라즈마 CVD 방법으로 실리콘 기판 위에 600nm 두께로 증착하되 반응 가스 중 SiH_4 가스와 NH_3가스의 비는 1:10으로 고정하고 SiH_4 가스에 대한 산소가스의 비를 1, 8, 12로 변화시키며 제작한 박막이다. 이들 산질화규소 박막의 경도와 탄성계수를 측정하기 위한 CSM 나노 인덴테에션 시험 조건은, 최대 압입깊이 300nm, 압입속도 2nm/sec, thermal drift rate 측정을 위한 하중 및 유지시간은 각각 최대하중의 5% 하중과 50초로 하였으며, 진동 진폭은 1nm로 하였다. 시험 결과는 그림 4와 같다. SiH_4 가스에 대한 산소 체적비가 8일 때, 탄성계수와 경도 모두 최대값을 나타내며, 세 종류 산질화규소 박막 모두 탄성계수는 기판인 실리콘의 값보다 낮으나 경도는 높은 특성을 갖

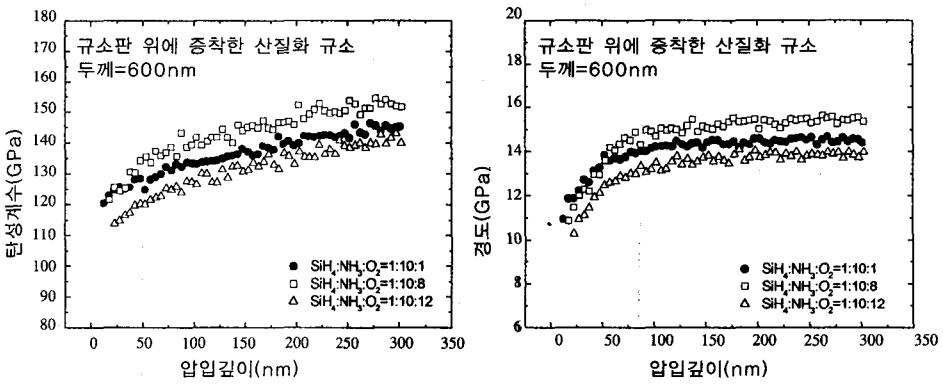

그림 4 여러 가스비 조건에서 규소 박판 위에 증착한 산질화 규소 박막의 탄성계수(왼쪽)와 경도(오른쪽)를 압입깊이에 따라 측정한 결과

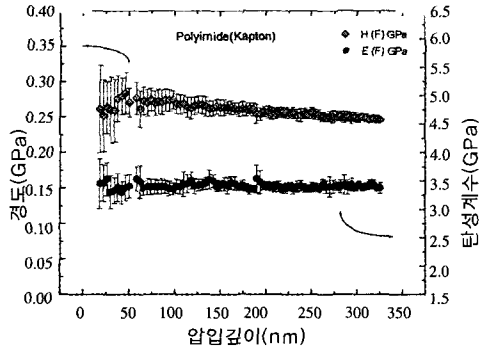

그림 5 Pristine Kapton(polyimide)의 경도와 탄성계수를 CSM 방법으로 압입깊이 따라 측정한 결과

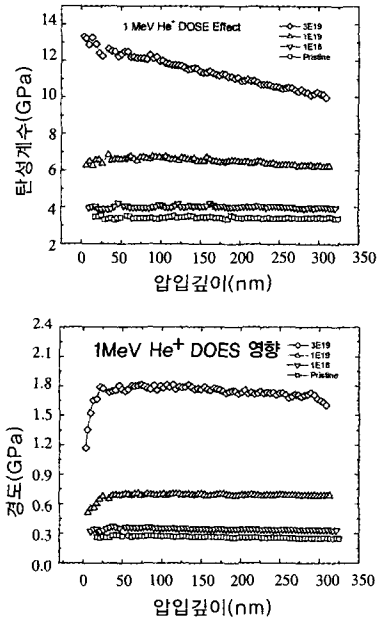

그림 6 1MeV He^+ 이온으로 표면개질한 polyimide의 탄성계수(위)와 경도(아래) 측정결과를 개질하지 않은 polyimide의 값과 표시한 결과 : DOES 영향을 나타냄

고 있음을 알 수 있다. 그럼에도 불구하고 탄성계수는 물론 경도도, 정도의 차이는 있으나, 압입 깊이에 따라 증가하는 것으로 보아 기판특성 영향이 제거된 이들 산질화규소 박막의 경도와 탄성계수는 압입 깊이에 따라 증가하는 경향을 갖음을 예측할 수 있는데, 그 이유는 대부분 재료의 깊이에 따른 탄성계수와 경도 변화는 같은 양상을 나타내기 때문이다. 그러나 박막의 두께가 600nm로 비교적 얇기 때문에 이들 결과로부터 박막 고유의 특성을 언급하는 것은 조심스러운 검증과정이 필요하다. 이와 같은 기판 특성영향(혹은 박막 두께 영향)에 대해서는 뒷절에서 다루기로 하겠다.

이온개질 polyimide의 경도 및 탄성계수 측정

나노 인덴테이션 방법으로는 금속이나 세라믹과 같은 재료뿐만 아니라 플리머 재료, 생체재료와 같이 상대적으로 연한 재료의 박막 경도와 탄성계수 측정이 가능하다.

이 글에서는 Polymer MEMS 재료, 반도체 공정박막 재료 등으로 관심 대상이 되고 있는 polyimide (두께, 76μm)의 경도와 탄성계수를 측정한 결과를 나노 인덴테이션 응용 예로 보고하고자 한다.

Polymer재료, 생체재료와 같이 연한 재료에 대한 시험 결과는 시험 방법 및 조건에 의한 오차가 클 수 있다. 특히, 표면 인식과정, 압입 속도 설정 등이 중요한데, 정확한 표면 인식을 위해서는 시험기가 수 μN의 힘을 인식할 수 있어야 하며, 압자를 받치고 있는 스프링의 강성이 100N/m 이하이어야 한다. 또한 압입시험 초기에 압입속도가 너무 빠르지 않게 조절하여 주는 것이 좋다. Polyimide의 특성을 평가하기 위하여 사용한 Nanoindenter II의 압자뭉치스프링의 강성은 각각 1μN과 100N/ m이며, 시험시 사용한 하중은 $\dot{p}/p = 0.05$가 되도록 조절하며 증가시켰다. 여기서 $\dot{p}$ 는 하중속도이다.

이온 개질을 하지 않은 polyimide에 대한 시험결과는 그림 5와 같다. Error bar는 표준편차를 나타낸 것이며, 불확도는 표준편차의 1/17 수준이다. 탄성계수는 3.4 GPa로 압입 깊이에 따라 일정한 값을 나타냄을 알 수 있으며, 경도는 시편 내부에서부터 표면 쪽으로 미세하게 증가하는 경향을 보이는데 0.245GPa부터 0.27GPa까지의 분포를 보인다.

이 값은 Lee 등이 측정한 Knoop 경도, 0.24GPa[8]과 큰 차이를 보이지 않는 결과이다. 경도 분포를 시편 내부로부터 표면 쪽으로 볼 때, 표면 근처에서 감소하는 경향을 보이는 것은 fused silica에 대한 시험결과와 같이 탄성접촉에 의한 영향으로, 이 경향이 시작되는 압입 깊이가 고유의 항복 변형률(H/E)에 비례하여 달라지기는 하지만 대부분의 재료가 이와 같은 경향을 보인다.

Polyimide의 표면을 1MeV He^+ 이온으로 개질 하였을 때 입사이온 량이 탄성계수와 경도에

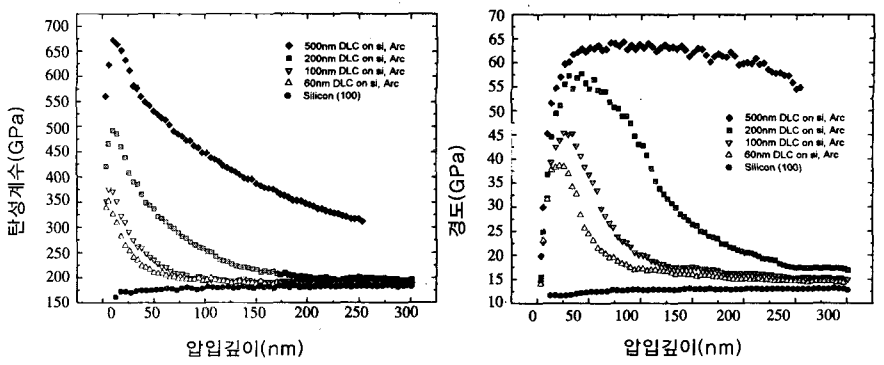

그림 7 Filtered cathodic arc 방법으로 규소판 위에 60nm, 100nm, 200nm, 500nm 두께로 증착한 DLC 박막의 탄성계수(왼쪽), 경도(오른쪽) 측정결과. 박막두께 영향을 나타냄.

미치는 영향을 측정한 결과는 그림 6과 같다. 이온 개질 하지 않은 polyimide의 결과와 비교해 볼 때 이온개질 한 모든 시편의 탄성계수와 경도가 증가했음을 알 수 있는데, 입사이온 총량(DOSE)이 많을수록 탄성계수와 경도 모두 증가함을 알 수 있으며, 입사이온량이 3E19이었을 때를 개질 전과 비교해 보면 경도는 6배 이상, 탄성계수는 최대 3배 이상 증가한 것을 알 수 있다. 또한 경도는 300nm까지의 전체 압입깊이 범위에서 균일하게 증가한 값을 보이는 반면 탄성계수는 압입 깊이가 깊어질수록 감소하는 경향을 보이며, 이 경향이 DOSE 량이 증가하여 탄성계수가 증가할수록 심해지는 것을 알 수 있다. 그러나 ΔLET(= total ionization linear energy transfer(LET)-total displacement LET) 분포 계산결과에 의하면 1MeV He_+ 이온의 최대 주입깊이는 3,800nm까지 이르며, 약 2,200nm까지 균일한 개질 효율을 나타내는 것으로 평가된다. 따라서 그림 6의 측정 결과 중 경도 측정값은 개질층 고유의 특성을 나타낸 값이라고 할 수 있지만, 탄성계수 측정결과는 개질되지 않은 지지층의 특성 영향을 포함한 결과이며, 개질 층 고유의 탄성계수는 이 값들보다 더 높다고 예측할 수 있다. 접촉에 의하여 변형이 일어날 때 탄성변형 영역이 소성변형 영역보다 넓다는 사실은 이 예측을 뒷받침하여준다.

박막 두께 영향

앞 두 절에서 소개한 시험 결과에서 알 수 있듯이 박막의 고유 기계적 특성을 정량적으로 측정하기 위해서는 지지층 특성 영향과 박막 두께영향을 정량적으로 분석하여 이들 영향을 제거할 수 있어야 한다. 이를 위한 방법으로 FEM simulation 방법이 가장 유력한 도구[9]라고 생각되나 아직 신뢰성있는 결과를 보고할 수 있는 연구결과는 나와 있지 않다. 따라서 본 절에서는 같은 박막의 특성이 두께에 따라 얼마나 다르게 측정될 수 있는지 만을 보이고자 한다.

두께가 각각 60nm, 100nm, 200nm, 500nm인 DLC 박막을 silicon 기판 위에 filtered cathodic arc 방법으로 동일한 조건으로 증착하였으며, 이들의 탄성계수와 경도를 나노 인덴테이션 방법으로 측정하고 silicon 지지층의 특성과 비교하였다. 그 결과는 그림 7과 같다. 나노 인덴테이션 방법으로 박막의 경도와 탄성계수를 측정할 때 압입 깊이에 따라 측정값이 변하지 않는 부분이 관찰되거나, 박막 두께가 더 두꺼워져도 변하지 않는 값이 관찰되면 이 값을 박막 고유의 값으로 생각할 수 있다. 이 기준을 그림 7의 결과에 적용하면 이 DLC 박막의 경도의 경우 박막 두께가 500nm 이상이면 박막 고유 값을 측정할 수 있으며, 박막 두께가 그 이하이면 터무니없이 낮은 값이 측정됨을 알 수 있다. 또한 탄성계수의 경우는 500nm 두께의 박막에서도 박막 고유의 특성을 평가할 수 없는 것을 알 수 있다. 이와 같은 경향은 이번 시험에 사용한 DLC박막의 경도와 탄성계수가 silicon의 값들(E=174 GPa, H=12.5 GPa)보다 크기 때문인데 박막에 대한 지지층의 기계적 특성 차이가 적어질수록 고유특성을 측정할 수 있는 최소 박

막두께는 감소한다. 이 관점에서 그림 4의 600nm 두께의 산질화 규소 박막의 경도 측정 결과는 박막 고유의 특성이라고 말할 수 있으며, 그 값이 압입 깊이가 증가함에 따라 증가한다고 말할 수 있다. 그러나 이와 같이 확신을 할 수 있는 근거가 없는 경우 임의의 압입 깊이에서의 측정값을 박막의 고유특성으로 보고하는 것은 옳지 않으며, 이 경우 가장 올바른 방법은 위 그림에서와 같이 압입 깊이 전체에서 가능한 좁은 간격으로 측정한 시험결과 모두를 나타내고 상대비교를 위해 활용하는 것이 좋다. 고유특성임을 판단할 수 있는 경우도 일정 값만을 보고하는 경우 그 근거를 언급하여야 한다.

맺음말

나노 인덴테이션 방법으로 경도와 탄성계수를 측정할 때 신뢰성 있는 결과를 얻기 위해서는 측정 대상 재료의 종류, 형상에 따라 시험 조건을 조절해야 한다. 연한 재료의 경우 시험 초기 압입속도를 충분히 느리게 하여 표면 부분에서 충분한 데이터를 얻을 수 있어야 한다. 그러나 지나치게 시험시간이 길어 시험 결과가 온도변화 등 주위 환경영향을 받지 않도록 하중이 낮을 때는 압입속도를 느리게 하고 하중이 증가함에 따라 압입속도를 증가시켜주는 것이 좋다. Filtered cathodic arc 방법으로 Silicon 기판 위에 증착한 DLC 박막의 경우 고유 경도값을 측정하기 위해서는 두께가 500nm 이상이어야 하며 500nm 이하인 경우 CSM 나노 인덴테이션 방법으로 상대적인 특성을 정성적으로 파악할 수 있다. 두께가 얇아 고유 기계적 특성을 측정할 수 없는 박막도 FEM simulation 연구를 통해 고유 특성을 정량적으로 측정할 수 있으리라고 생각된다.

[참고문헌]

[1] Sneddon, 1965, "The relation between load and penetration in the Axisymmetric Boussinesq Problem for a Punch of Arbitrary profile," Int. J. Eng. Sci., vol. 3, pp. 47~57.

[2] W. C. Oliver and 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, pp. 1564~1583.

[3] 한준희, 2000, "Nano-indentation 방법에 의한 박막의 경도 및 탄성계수 측정", 한국세라믹학회지, 제37권, 제6호, pp. 596~603.

[4] K. L. Johnson, 1987, " Hertz theory of Elastic Contact," Cambridge University Press, pp. 90~106 in Contact Mechanics.

[5] G. simmons and H. Wang, 1971, "Single Crystal Elastic Constants and Calculated aggregate Properties: A Handbook," 2nd ed., The M.I.T. Press, Cambridge, Ma.

[6] G. R. Anstis, P. Chantikul, 1981, J. Am. Cerm. Soc., vol. 64, p. 533.

[7] ISO 표준화 진행 중.

[8] E. H. Lee, 1996, "Polyimides Fundamentals and Applications" ch. 17, Marel Dekker Inc.

[9] J. A. Knapp, D. M. Follstaedt, S. M. Myers, J. C. Barbour and T. A. Friedmann, 1999, "Finite-element modeling of nano-indentation", J. Appl. Phys., vol. 85, No. 3, pp. 1460~1474