

Nanowire(nanorod) 기계적 물성 시험

장 훈 식 | 한국표준과학연구원 신재생에너지측정연구센터, 박사후연구원

남 승 훈 | 한국표준과학연구원 신재생에너지측정연구센터, 책임연구원 | e-mail : shnahm@kriss.re.kr

21세기는 나노과학기술의 시대라고 하여도 무방하겠다. 지난 십 수 년간 나노과학기술에 대한 연구는 괄목할 정도의 성과를 이루어 왔으며, 앞으로도 더 많은 연구 결과와 발전이 기대된다. 나노소재에 대한 신뢰성 평가방법 및 기술은 나노과학기술의 응용 측면에서 반드시 요구되고 있으며, 이를 위해 나노소재에 대한 체계적인 기계적 물성 측정 및 분석 기술의 개발이 필요하다.

나노소재 기계적 물성 측정장치

나노와이어 및 나노막대 등의 구조로 되어 있는 나노소재에 대한 기계적 물성 시험을 위해 그림 1과 같은 측정 시스템을 구축하였다. 나노소재는 그 크기가 작기 때문에 나노소재를 관찰하고 제어하는 것은 전자현미경에서 수행해야 한다. 나노소재를 제어하고 기계적 물성시험을 하기 위해 나노조작기를 전자현미경 내부에 장착하였다. 힘 센서는 외팔보 형태를 하고 있으며, 나노조작기에 의해서 제어할 수 있다. 기계적 물성 시험 시 힘 센서를 이용하여 하중

값을 얻을 수 있으며, 그 결과는 컴퓨터에서 수치화 된다.

나노조작기

나노조작기(Nano-manipulator)의 각 축은 정밀구동을 요하고 모터로 구동되어야 하는데 이 때, 구동모터에서 발생하는 전자기장이 SEM 이미지에 영향을 주지 말아야 한다. 일반적으로 사용되는 모터는 구동 시 다량의 전자기장이 발생하기 때문에 본 실험에 용의하지 않으므로 전자기장의 발생이 없으면서 미세구동이 가능한 모터로서 piezo type의 nano-motor가 장착되어 있어야 나노단위의 미세조작과 같은 정밀제어를 할 수 있다.

의 미세조작과 같은 정밀제어를 할 수 있다.

나노조작기는 주사전자현미경 내부에 설치되어 진공상태에서 구동되어야 하므로 진공 챔버(chamber) 내부와 외부 간의 데이터 수신을 위하여 feedthrough를 설치하여 진공을 유지하였다. 나노소재에 대한 원활한 실험을 위해서 최소 10nm의 분해능으로 3축 구현이 가능한 나노조작기를 사용하였다. 기기의 외형은 그림 1(b)에서 보는 바와 같이 X, Y, Z 각 축이 직선운동을 하도록 구성되어 있으며 Z축과 연결되어 있는 sensor holder에는 힘 센서와 텅스텐 팁의

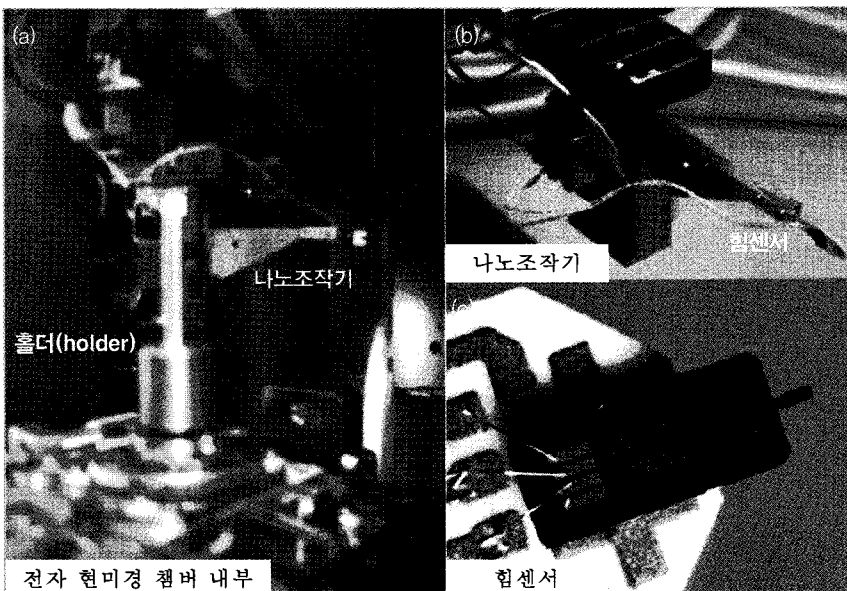


그림 1 나노소재 기계적 물성 시험 측정시스템

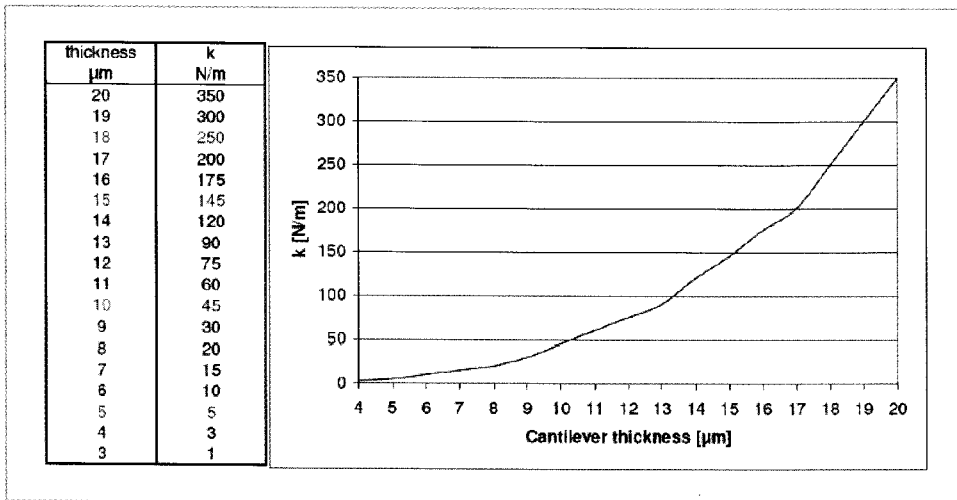


그림 2 힘 센서 스프링상수 K

중 값을 얻을 수 있다. 스프링 상수인 K는 SiO₂의 고유 스프링 상수로서 그림 2와 같이 두께에 따라 그 값이 다르다. 힘 센서는 K 값에 따라서 센서의 분해능 또한 차이가 나며, 평균 분해능은 100nN 이하이며, 최대 수 mN까지 측정 가능하다.

교체가 가능하다. 나노조작기의 장착위치는 SEM 챔버 상부에 부착하여 사용하되 나노조작기 본체 혹은 부착물이 SEM의 영상을 담당하는 detector를 가려 영상에 영향을 미치지 않는 범위 내에 장착하였다. Net Work Control(NWC)라는 제어박스를 통하여 컴퓨터의 키보드나 조이스틱으로 나노조작기를 정밀제어하였다. 나노조작기 각 축의 최대 이동거리는 20mm이다.

힘 센서

나노소재의 기계적 물성을 측정하기 위해 나노소재에 굽힘이나 인장하중을 가하였을 때, 나노소재에 가해진 하중을 측정하는 역할이 힘 센서(Force sensor)이다. 그림 1(c)에서 볼 수 있듯이 힘 센서는 AFM tip과 유사한 형상을 하고 있는 외팔보 타입이며, 인장시험 시 전자현미경의 전자빔을 이용하여 센서의 몸체에 나노소재를 접합하는 것이 용이하다. 힘 센서의 외팔보 부분의 크기는 길이 0.49mm, 폭 0.18mm, 두께 5~15μm 정도이다. 힘 센서 몸체는 SiO₂로 이루어져 있으며 SiO₂ 표면 위에 ZnO와 같은 압전소재가 도포되어 있어, 외부로부터 미소량의 힘이 작용하면, 외팔보가 휘게 되면서 박막에 작용하는 압축 혹은 인장으로 인한 전기적인 변화량을 기계적인 값으로 환산한다. 이 때, SiO₂의 스프링 상수인 K 값을 입력하여 교정을 수행해야 나노소재 기계적 물성시험 시 정확한 하

나노소재 기계적 물성 측정 절차

나노소재 기계적 물성시험 절차는 그림 3의 순서도와 같이 수행하였다. 일반적으로 알려져 있는 기계적 물성시험 절차를 따라서 나노물성 시험을 수행하기에는 어려운 점이 많다. 하중의 축을 맞추는 것 등 실제로 나노소재를 다루는 것에 있어서 시험편의 크기와 구축된 시스템의 한계가 있는 것이 사실이다. 나노소재의 기계적 물성 시험을 위해 먼저 적당한 나노소재를 선택해야 한다. 파우더 상태의 나노소재를 분산처리를 하고, 텅스텐 팁 또는 힘 센서를 이용하여 기계적 물성 시험을 위해 분산되어진 나노소

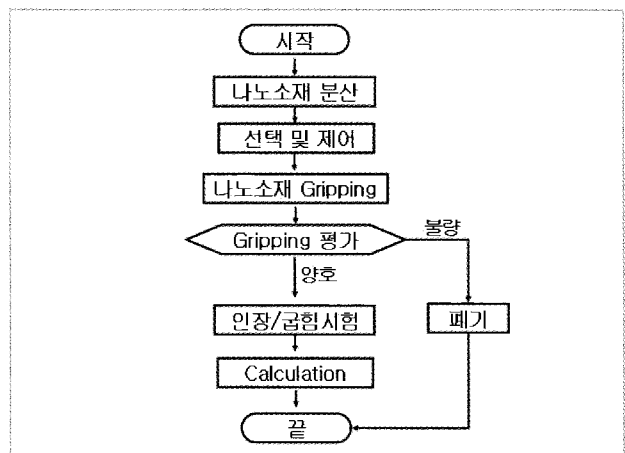


그림 3 나노소재의 기계적 물성 시험 순서도

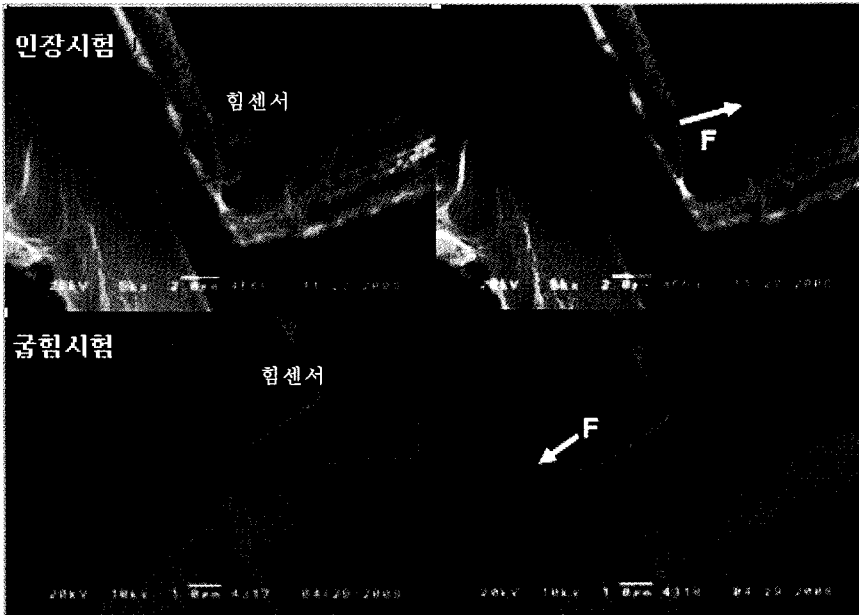


그림 4 나노소재의 인장/굽힘 시험 예

재를 선택하고, 나노소재의 위치를 제어한다. 시험할 나노소재가 정해지면, 나노소재를 그리핑(gripping)을 한다. 텅스텐 팁과 힘 센서 사이에 나노소재를 그리핑 한 후 인장 또는 굽힘 시험을 수행한다. 나노소재(나노막대)에 대한 인장, 굽힘 시험 실시 예를 그림 4에 나타냈다. 시험은 상온에서 실시하며, 센서와 소재의 설치 후에는 안정화를 위해 6시간 이상의 안정화 시간이 필요하다. 그리고 나노단위의 조작이므로 미세한 진동에도 영향을 받기 때문에, 방진패드를 이용하여 진동을 제거하고 진동을 유발시키는 행동이나, 장비들의 사용을 억제한다.

나노소재 그리핑과 평가

나노소재를 그리핑 하기 위해 SEM의 전자 빔을 이용한다. 전자 빔을 나노소재와 텅스텐 팁 접점부분에 주사하면 SEM 내부에 존재하고 있는 탄소 원자나 탄화수소 분자들이 증착하게 되어 나노소재가 텅스텐 팁에 그리핑하는 것이 가능하게 된다. 이 때 나노소재의 그리핑 정도를 평가하기 위해 텅스텐 팁을 SEM 챔버의 피드스루(feedthrough)를 통해 고감도 나노 멀티미터를 전기적으로 연결하고, 나노소재와 텅스텐 팁에 접촉시켜 놓고 진공

분위기에서 그 접촉 부위에 전자 빔을 조사하여 그리핑 단계에서 멀티미터로부터 나노소재와 텅스텐 팁을 흐르는 전류의 저항값을 측정한다. 그리핑을 하면서 전기저항값 측정의 일정 경과시간 내에 최초 측정된 저항값에서 설정 비율만큼 저항값이 낮아지는가를 판단한다. 설정된 비율만큼 저항 값이 낮아지면 그리핑이 정상이라고 판단하고 그렇지 못할 경우 불량으로 그리핑 정도를 판단한다.

인장시험

나노소재에 대한 인장물성 시험은 기존에 알려진 방법과 흡사하다고 하지만, 보편적으로 소재에 대한 인장시험 시 중력을 이용하는 경우가 많지만, 실제로 나노소재에 대한 인장물성 시험은 중력을 이용하는 것이 어렵다고 하겠다. 그래서 힘 센서를 이용하여, 힘 센서의 스프링상수 K값을 이용한 기계적 물성 평가를 수행한다. 인장시험을 수행하기 위해서 나노소재를 텅스텐 팁이나 강체 등에 수직방향으로 놓은 후 SEM 홀더를 회전시켜 힘 센서의 끝부분이 나노소재와 수평을 이루도록 하였다. 나노조작기는 조이스틱에 의해 조정되며 측정 시에는 3축으로만 움직이며 측정할 수 있기 때문에 나노소재의 오른쪽에 놓고, 정확한 측정을 위하여 힘 센서와 나노소재를 수평으로 놓는다. 그런 다음, 힘 센서와 나노소재의 끝 부분을 전자현미경의 E-beam을 이용하여 그리핑을 하고, 나노소재에 대한 인장 시험을 수행을 하였다. 인장시험은 NWC(network control)을 이용하여 변위제어 방식이 수행되었다. 인장속도는 10nm/s였으며, 2nm마다 나노소재에 작용하는 인장하중을 힘 센서로 측정하였다.

굽힘시험

나노소재에 대한 굽힘시험인 경우, 일반적으로 3점 굽힘

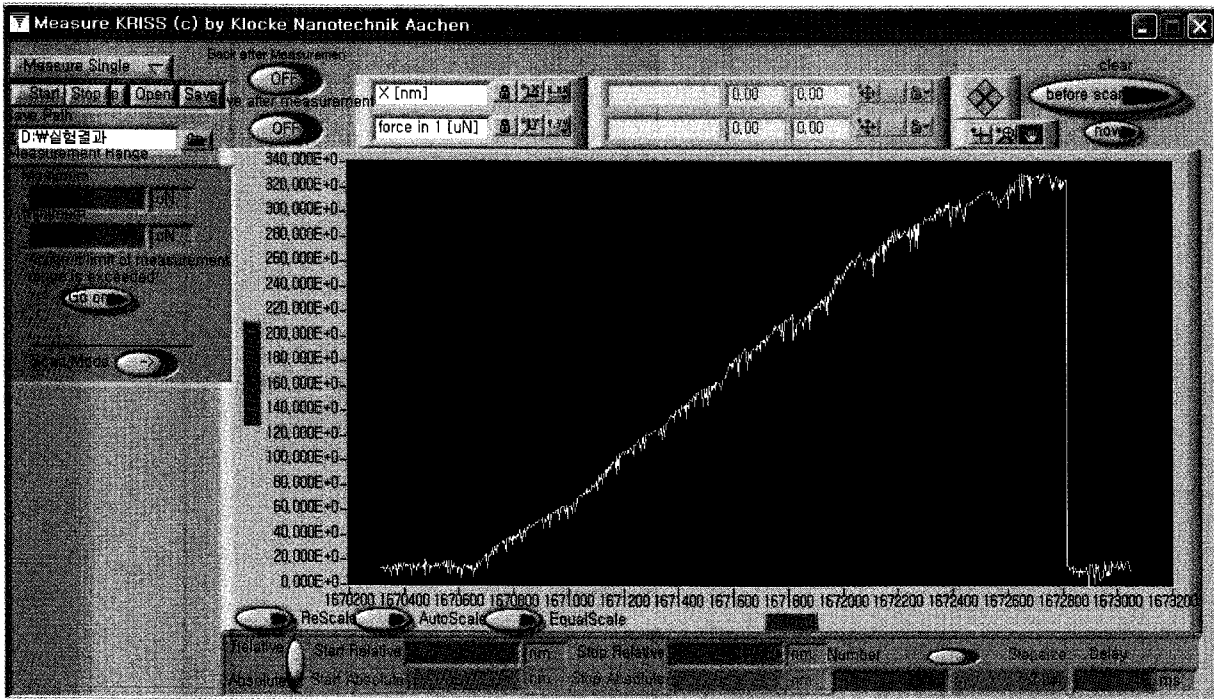


그림 5 나노소재의 기계적 물성 시험 건본 데이터

시험과는 달리 외팔보 굽힘시험을 수행하였다. 힘 센서를 나노소재의 오른쪽에 놓고, 정확한 측정을 위하여 힘 센서와 나노소재를 수직으로 놓는다. 나노소재와 힘 센서와는 그리핑을 하지 않고, 힘 센서의 위치를 결정한 후 굽힘시험을 수행하였다. 굽힘시험은 파단할 때까지가 아닌, 힘 센서와 나노소재의 미끄러짐에 의해 비선형적인 구간이 발생하지 않는 범위까지 수행하였다. 굽힘시험의 하중과 변위를 측정하는 방법은 인장시험과 동일하였다.

나노조작기와 힘 센서를 이용하여 나노소재에 대해 기계적 물성 즉 인장, 굽힘 시험 등을 실시하면, 그림 5와 같은 변위-하중 그래프를 얻고, 이로부터 strain-stress 그래프를 그릴 수 있으며, strain-stress 그래프로부터 나노소재의 탄성계수를 구할 수 있으며, 경우에 따라서는 인장강도, 파단연신율 등을 구할 수 있다.

맺음말

나노조작기와 힘 센서를 이용한 기계적 물성시험을 통하여 나노소재의 특성을 이해하고, 그 나노소재에 대한 기계적 물성 시험결과를 데이터베이스화함으로써 나노소재에 대한 신뢰성 평가와, 나아가 나노소재를 이용한 나노 및 마이크로 소자에 대한 신뢰도 등의 예측이 가능하며, 앞으로 각종 나노소재들에 대한 기계적 물성시험 서비스가 가능할 것으로 기대된다.