

[II-22]

초미소압입시험기 (Nanoindenter) 를 이용한 다이아몬드상 카본필름의 기계적 특성평가

조성진^{*,}, 이광렬^{*}, 한준희[†], 김명근^{*}, 고대홍[#]

* 한국과학기술연구원 세라믹스연구부

† 한국표준과학연구원 소재특성평가센터

연세대학교 세라믹공학과

서론

재료의 기계적 특성을 평가하는 가장 일반적인 방법으로서 압입을 이용한 경도측정법이 지난 100여 년 동안 사용되어 왔다. 이들 대부분의 경도 측정법에서는 압입흔적을 관찰하여 압입자와 시편간의 접촉면적을 측정함으로써 재료의 경도를 평가한다. 그러나, 이러한 측정법은 압입후 unloading 과정에서 일어나는 탄성회복의 양이 많은 경우에는 큰 오차를 유발하며, 또한 압입 흔적의 측정상 오차로 인해 박막이나 표면층의 기계적 특성을 평가하기가 어렵다고 알려져 있다. 1980년대 초반부터 박막이나 표면층의 기계적 특성을 평가하기 위하여, 압입에 따른 압입깊이를 직접 측정함으로써 압입자와 시편간의 접촉면적을 간접적으로 평가하는 초미소압입시험 방법이 활발히 연구되고 있다. 이 방법은 매우 미세한 하중에서의 경도 측정이 가능하고, 압입후의 탄성회복기동을 측정하기 때문에 탄성회복에 따른 경도측정상의 오류를 제거할 수 있으며, unloading시 탄성회복기동을 분석하여 재료의 탄성계수도 측정할 수 있다는 장점을 가지고 있어서 많은 연구가 진행되고 있다.

본 연구에서는 초미소 압입시험기를 이용하여, Si 이 함유된 다이아몬드상 카본필름의 기계적 특성을 연구하였다. 분석시 발생할 수 있는 오차의 범위를 결정하고, 하중-변형 관계에 미치는 최대하중, 최대하중에서의 holding 효과 그리고 load sequence의 영향에 관해서 조사하였다.

실험 방법

Nano Instrument사의 NanoindenterTM II 를 이용하여 Si-DLC 필름의 압입에 따른 탄소성 거동을 측정하였다. 필름은 (100) Si 기판위에 r.f.-PACVD (radio frequency plasma assisted CVD) 법으로 합성하였으며, 원료 gas로는 C_2H_6 과 수소로 희석된 SiH_4 gas를 사용하였다. 원료 gas내의 분율을 조절하여 필름내의 Si 함량을 변화시켰으며, 합성된 필름의 두께는 모든 조건에서 동일하게 $1\mu m$ 가 되도록 합성시간을 조절하였다. Nano-indentation 측정시 최대 하중까지 loading을 가한 뒤, 여러 차례에 걸쳐서 최대하중의 10% 까지 unloading하는 과정을 반복하였다. 그 후 최소 하중상태에서 100초 동안 유지하고, 다시 최대하중으로 압입하여 일정시간 유지한 뒤에 unloading 하였다. 3개의 다른 최대하중에서 (0.5, 1, 3mN) 에서 각각 3회씩 반복하여 측정하였으며, loading rate는 impact영향을 최소화 하기 위해 각각 25, 50, 150 $\mu N/s$ (최대하중의 5%)로 유지하였다.

결과 및 고찰

다이아몬드상 카본필름의 load-displacement 거동은 Si 함유량에 관계없이 유사한 거동을 보이고 있었다. Unloading curve로 부터 결정된 Sneddon 상수는 1.2 - 1.5 사이의 값을 가지고 있었다. 이 결과는 paraboloid of revolution의 모양을 가진 indenter의 경우에 유도된 탄성접촉이론을 이용하여

unloading curve를 분석할 수 있음을 의미한다. 따라서, unloading curve로 부터 결정되는 표면 탄성 변형량은 P_{max}/S 의 75% 로 결정할 수 있었다. 한편, 마지막 unloading curve를 얻기 전에 최대 하중의 10% 까지 unloading하는 cyclic loading 과정을 1회이상 3회까지 실시하였으나, 대부분의 금속재료에서 관찰되는 hysteresis 기동은 관찰되지 않았다. 따라서, 1회의 indenting에 의해서 소성변형은 포화되는 것으로 판단된다. 그러나, 이러한 cyclic loading에도 불구하고 최대하중에서의 holding중에 변형이 증가하고 있었으며, 이러한 변화량은 Si 함유량에 의존하고 있음이 관찰되었다. 이러한 기동은 하중하에서 시간에 따른 필름의 구조변화가 발생하고 있기 때문인 것으로 추정되지만, 정확한 이유는 아직 명확하지 않다. 이 분야의 연구는 앞으로도 계속 진행되어야 할 것으로 생각된다. 최대하중이 큰 경우에는 압입 깊이가 필름 두께의 10% 이상이 되어 필름만의 특성을 평가하기 어렵지만, 너무 작은 경우에는 측정값의 fluctuation이 크게 나타난다. 이는 필름의 표면특성이 측정에 많은 영향을 주기 때문이므로 적당한 최대하중의 결정이 요구된다. 1 μ m 두께의 DLC 필름의 경우에는 최대하중 2mN 이 적당할 것으로 생각된다.

표 1 은 본 연구에 의해 결정된 Si-함유 DLC 필름의 경도와 탄성계수를 정리한 것이다. 필름의 경도나 탄성계수는 모두 Si이 증가함에 따라 급격히 증가하다가 포화되는 경향을 보이고 있다. 경도나 탄성계수는 필름내의 3차원적 interlink와 밀접한 관계를 가지고 있기 때문에, Si 첨가에 따른 필름의 원자 결합구조의 변화로 부터 설명할 수 있었다.

Step	X_{Si}	Hardness (GPa)			$E/(1-\nu^2)$ (GPa)		
		3mN	1mN	0.5mN	3mN	1mN	0.5mN
11	0	11.44 ± 0.005	10.54 ± 0.831	9.88 ± 0.808	105.58 ± 0.474	99.13 ± 2.845	94.85 ± 3.994
	0.022	14.76 ± 0.386	13.30 ± 0.408	13.07 ± 0.833	135.98 ± 0.879	125.74 ± 0.522	126.77 ± 3.128
	0.06	18.77 ± 0.070	18.23 ± 0.572	17.46 ± 1.291	170.38 ± 0.573	167.85 ± 4.596	168.29 ± 7.889
	0.12	20.22 ± 0.310	19.82 ± 1.164	19.14 ± 0.891	187.19 ± 0.358	187.67 ± 4.086	184.84 ± 5.544
	0.21	18.85 ± 0.145	17.40 ± 0.454	16.15 ± 1.048	180.43 ± 0.936	175.03 ± 1.862	173.90 ± 4.528
7	0	11.23 ± 0.323	11.49 ± 0.083	10.64 ± 0.564	107.30 ± 1.271	101.43 ± 0.784	97.80 ± 2.609
	0.022	14.75 ± 0.270	14.58 ± 0.487	13.79 ± 0.911	135.32 ± 1.772	135.49 ± 0.236	130.26 ± 5.262
	0.06	18.74 ± 0.054	18.46 ± 0.112	17.66 ± 1.143	172.49 ± 0.290	170.58 ± 0.901	170.23 ± 4.131
	0.12	20.30 ± 0.116	19.64 ± 0.189	18.48 ± 1.930	188.66 ± 1.474	189.57 ± 1.387	182.46 ± 4.759
	0.21	18.43 ± 0.044	17.25 ± 0.457	17.17 ± 0.247	180.79 ± 1.373	177.35 ± 3.081	178.38 ± 2.157

표 1. 초미소압입시험법(Nanoindentation)에 의한 Si 함유에 따른 DLC 필름의 경도 및 탄성계수.

결론

초미소 압입시험기를 이용하여 필름의 기계적 특성을 평가하기 위해서는 분석방법 및 압입 sequence 의 최적화 과정이 필요함을 보였다. 다이아몬드상 카본필름의 경우에는 blunted cone indenter 의 경우에 유도된 탄성접촉이론을 이용한 unloading curve의 분석이 적당하고, 소성변형의 시간 의존성 때문에 unloading curve를 얻기전에 반복적인 loading을 1회 이상 실시하는 것이 바람직하다. 그러나, 이러한 loading-unloading에 의해서도 최대하중에서 holding 시 일어나는 시간의존성 변형기동은 완전히 제거되지 않았다. 1 μ m 두께의 DLC 필름의 경우 적당한 최대하중은 2mN 으로 판단된다.