

나노인덴테이션을 이용한 나노 임프린트된 폴리머 박막의 잔류두께 측정기법

이학주[†]·고순규^{*}·김재현^{*}·허 신^{**}·이응숙^{***}·정준호^{***}(한국기계연구원)

A measurement technique for residual thickness of nano-imprinted polymer film using nano-indentation.

H.J. Lee, S.G. Ko, J.H. Kim, S. Hur, E.S. Lee and J.H. Jeong

Key Words: Nano-indentation(나노-인덴테이션), nano-imprint(나노-임프린트), residual thickness(잔류두께), polymer film(폴리머 박막)

Abstract

Nano-imprint technology has been vigorously studied by many researchers for it is one of the most promising technologies for manufacturing the pattern with its critical dimension below 100nm. In the nano-imprint technology, nano patterns are transferred on a polymer film and the transferred patterns are used as an etch mask to define the designed patterns on a substrate or a metal layer. To this end, it is important to keep the residual thickness of the imprinted polymer film uniform. In this study, a novel measurement technique to measure the residual thickness of films is proposed based on nanoindentation theory. This technique has advantages of saving time and measuring the residual thickness of highly-localized portions in comparison with other techniques, but has limitation of requiring calibration process.

1. 서 론

나노 기술을 응용한 다양한 소자의 개발에는 수십에서 수백 나노미터의 두께를 가지는 박막이 자주 사용된다. 나노 공정의 개발 및 적용에는 이 박막의 두께를 측정하는 것이 중요하지만, 현재까지의 방법은 매우 번거롭거나, 단차를 가지거나 패턴(pattern)이 되어 있는 경우 박막의 두께를 측정하는 데에는 많은 어려움이 따른다.

단차를 가지거나 패턴된 박막의 표면 형상

(surface morphology)은 광학현미경이나 전자 현미경, AFM(Atomic Force Microscope) 등으로 측정이 가능하지만, 박막의 두께를 측정하기 위해서는 두께를 측정하고자 하는 위치를 절단(sectioning)하여 그 단면을 전자현미경으로 관찰하는 방법을 사용하게 된다. 이와 같이 절단하여 박막의 두께를 측정하는 방법은 신뢰성이 높은 방법이지만, 절단과정이 번거롭고, 값비싼 시험편이 절단 과정을 거치고 나면 더 이상 사용할 수 없게 되는 문제가 발생한다. 또한 마이크론 단위로 패턴된 박막의 경우에 정확한 위치를 선정하여 절단하는 것은 매우 어려운 가공기술을 필요로 한다. 따라서 시험편을 절단하여 박막 두께를 측정하는 방법은 많은 시간과 비용을 필요로 하기 때문에 신속하고 저렴한 제품 개발이 필요한 산업계에서는 큰 문제점이 되고 있다.

[†] 한국기계연구원 마이크로응용역학그룹

E-mail : hjlee@kimm.re.kr

TEL : (042) 868-7633 FAX : (042) 868-7884

^{*} 한국기계연구원 마이크로응용역학그룹

^{**} 한국기계연구원 신교통시스템그룹

^{**} 한국기계연구원 나노메카니즘그룹

2. 나노인덴테이션의 개요

2.1 나노인덴테이션

나노인덴터는 정교하게 가공된 다이아몬드 압자(Indenter)를 시험편 표면에 눌러 생기는 반발력과 압입 깊이를 측정해서 압흔 면적을 계산하고, 이로부터 시험편의 탄성계수와 경도를 측정할 수 있다.

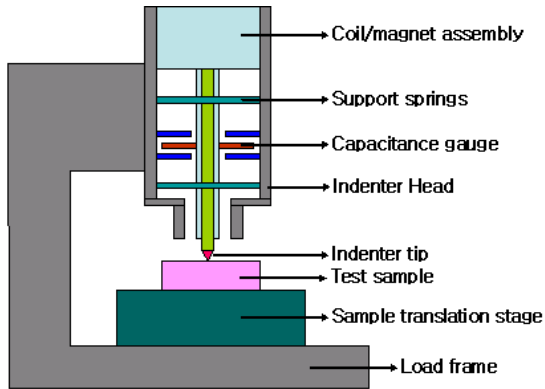


Fig. 1 Schematic of Nanoindenter[1]

본 연구원에서 보유한 나노인덴터(MTS, Nano Indenter XP and DCM)의 구조를 Fig. 1에 나타내었다. 나노인덴터에서 압자는 가장 상부에 위치한 Coil/magnet assembly 부분에서 구동되며 이때 가해진 전기적 신호로부터 하중을 계산하며, 중간부에 위치한 용량형 변위 센서(Capacitance gage)에서 압자의 상하변위를 측정한다.

2.2 압입시험 이론

인덴터를 이용한 물성측정에 있어서 Oliver와 Pharr[2,3]는 제하(unloading) 곡선에서 최대 변위와 시험이 끝난 후 생기는 변위에 대해 적용되는 식을 제시했다. P 는 하중, h 는 하중에 따른 변위, h_f 는 최종 시험 후 생긴 변위이다. B 와 m 은 곡선회귀변수이다.

$$P = B(h - h_f)^m \quad (1)$$

제하시의 강성(Stiffness), S 는 식 (1)을 미분해서 얻어진다. 이때 최대하중에서 전개하면, $h = h_{max}$ 로 변환된다.

$$S = \frac{dP}{dh} (h = h_{max}) = mB(h_{max} - h_f)^{m-1} \quad (2)$$

압입 시험에 있어서 측정되는 결과는 경도와 탄성계수이다. 경도 H 의 측정은 압입하중 P , 압자에 의해 시험편 표면에 압입된 투영접촉면적

(projected contact area) A 로 나눈 것이다.

$$H = P_{max} / A \quad (3)$$

탄성계수는 인덴터 압자의 형상과 강성, 압입에 의해 투영접촉표면넓이로 다음과 같이 계산될 수 있다.

$$E_{eff} = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A}} \quad (4)$$

여기서 β 는 인덴터의 형상계수로 Berkovich 압자의 경우 1.034의 값을 갖는다. E_{eff} 는 시험편과 다이아몬드 압자 사이의 유효탄성계수이므로 다이아몬드의 물성을 알면 시험편의 탄성계수를 구할 수 있다.

본 연구원에서 보유한 나노인덴터는 CSM (Continuous Stiffness Measurement) 기능을 제공하고 있다. 기존 인덴터는 제하 곡선을 이용해서 강성을 결정하는 방식인데 반하여, CSM은 일정 주파수(보통 45Hz)와 진폭(보통 2nm)으로 인덴터를 가진시키면서 압입시험을 수행하고 시험편의 동적응답특성으로부터, 시험편의 강성을 연속적으로 압입깊이에 따라 측정하는 방식이다[1].

3. 압입시험을 통한 두께측정 방법

3.1 압입시험의 차원 해석

압입시험은 복잡한 시험편 준비 과정을 거치지 않고 시험이 가능하며, 복잡한 형상을 가지는 패턴에서도 정확한 위치에 손상을 최소화 하면서 원하는 만큼의 시험을 수행할 수 있는 장점을 가진다.

나노인덴터를 이용한 압입시험에 의해 두께를 측정하는 방법은 Marie 등[4]에 의해 제시된 바 있다. 이들은 연질모재(soft substrate) 상에 박막 두께가 다른 경질필름(hard film) 들이 코팅되어 있는 경우에 대하여, 다양한 실험을 통해 구성된 측정식을 제시하였다. 이 방법은 박막과 모재 모두의 물성치를 필요로 한다는 단점이 있고, 연질박막의 경우에는 제시된 측정식을 그대로 이용할 수 없다.

본 연구에서 제시하는 압입시험을 통한 두께측정방법은 다음과 같은 단계를 거친다. 먼저, 모재위에 박막이 올려진 형상으로 이루어진 시험편

에 압입 시험을 수행하는 단계와 압입 시험 중에 박막의 두께 방향으로 발생하는 변위와 하중을 정밀하게 측정하고, 측정된 변위와 하중 신호로부터 박막과 모재의 기계적인 물성치 차이로부터 기인하는 신호를 검출하는 단계를 거친다.(한 가지 예로서 실리콘 웨이퍼 모재위에 올려진 폴리머 박막의 압입시험 결과를 Fig. 2에 나타내었다.) 마지막으로 검출된 신호로부터 본 논문에 제안된 알고리즘을 이용하여 박막의 두께를 결정하는 단계이다.

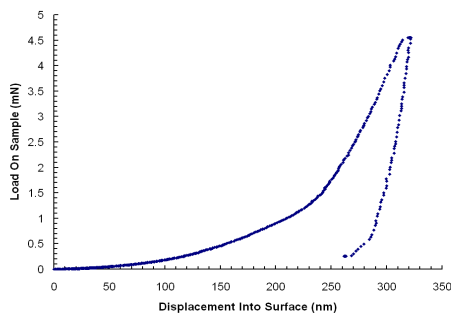


Fig. 2 An example of load-displacement curve for polymer thin film

압입시험을 통한 두께측정 방법은 박막과 모재의 물성 차이가 크거나 작은 경우도 적용가능하다. 박막과 모재로 이루어진 시험편에 압입시험을 수행할 때에 발생하는 변수와 그 변수에 영향을 주는 물성치들을 열거하면 다음과 같다. 압입 하중(P), 압입 깊이(h), 압입자의 형상(α , conical tip의 cone angle), 박막의 두께(t), 박막의 탄성계수(E_f, ν_f), 모재의 탄성계수(E_s, ν_s), 박막의 항복 강도(Y_f), 모재의 항복강도(Y_s) 등이 있다. 이러한 변수와 물성치를 이용하여 차원해석(dimensional analysis)하면 다음과 같은 결과를 얻을 수 있다.

$$\frac{P}{E_s h^2} = \Pi\left(\frac{h}{t}, \frac{E_f}{E_s}, \frac{\nu_f}{\nu_s}, \frac{Y_s}{E_s}, \frac{Y_f}{E_s}, \alpha\right) \quad (4)$$

여기서 박막과 모재의 재료 조합이 같고, 압입자의 형상도 동일하며, 박막의 두께만 변화한다고 생각하면 다음과 같은 간단한 식으로 나타낼 수 있다(박막의 두께, t 를 제외한 모든 변수가 상수가 됨).

$$\frac{P}{h^2} = E_s \Pi\left(\frac{h}{t}\right) = f\left(\frac{h}{t}\right) \quad (5)$$

이 식이 의미하는 것은 하중을 압입 깊이의 제곱으로 나눈 양은 h/t 의 함수만으로 표현된다는 것이다. 이것은 박막의 두께가 다르지만, 같은 재료조합으로 이루어진 박막/모재 시험편에 압입 시험을 수행하여, P/h^2 와 h/t 의 그래프를 그리면 하나의 곡선에 중첩된다는 것을 의미한다.

결국 박막의 두께를 알고 있는 박막/모재 시험편의 압입시험 결과를 이용하여 재료 조합이 같지만 박막의 두께를 알 수 없는 박막/모재 시험편의 박막 두께를 압입시험을 통하여 알아낼 수 있다는 것을 의미한다.

3.2 압입시험을 통한 두께 측정

본 연구에서는 나노 임프린트 소재로 다양하게 사용되고 있는 폴리머(polymer)박막을 이용해서 제시된 알고리즘을 확인하였다. 측정에 이용되는 시험편과 기준시험편의 박막과 모재는 동일한 재료로 만들어져야 하며, 압입깊이는 박막의 두께로 예상되는 깊이보다 더 깊게 수행해서 모재까지 압입하는 것이 바람직하다. 제작된 폴리머 박막(micro resist, mr-9030)은 단파장 타원법을 이용한 두께측정을 통해 132 nm, 203 nm 및 383 nm의 결과를 얻었다. 모재로는 실리콘 웨이퍼를 사용하였다. 폴리머 박막의 두께별로 압입깊이에 따른 탄성계수의 측정 결과를 Fig. 3에 나타내었다. 이 탄성계수는 반무한 고체에 적용되는 Oliver와 Pharr의 이론으로 계산된 것으로, 정량적으로 물리적인 의미를 가지지는 않는다. 모든 결과는 압입깊이가 깊어질수록 모재의 물성 영향을 받아 탄성계수가 증가하고 있다.

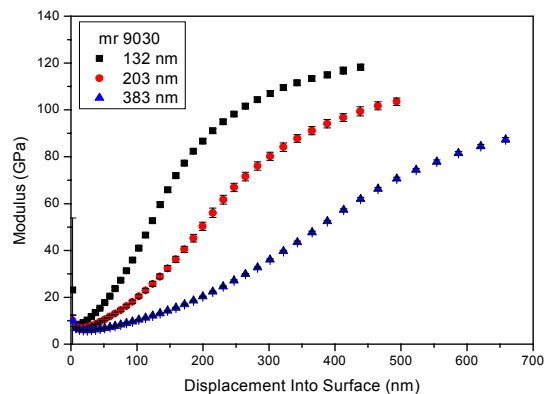


Fig. 3 Modulus of polymer thin film on silicon substrate

식 (5)에 제시된 차원해석을 통해 기준시험편으로 삼은 203 nm 박막의 압입시험 결과에서 제공된 하중(P)에 따른 압입깊이(h)와 박막의 두께($t=203$ nm)를 바탕으로, P/h^2 를 h/t 의 함수로 나타내면 Fig. 4로 나타난다. 다른 두께를 가지는 132 nm, 383 nm의 재료도 같은 방법으로 기준시험편과 함께 P/h^2 를 h/t 의 함수로 나타내면 Fig. 5에서 중첩되고 있음을 잘 알 수 있다. 그러나 기준시험편의 두께를 알고 있으나, 시험을 통해 얻어진 박막의 두께를 일일이 대입해서 중첩된 결과를 얻기란 매우 어렵다. 이러한 단점은 압입시험을 통한 기준시험편 박막의 두께에 해당하는 탄성계수를 산정하고, 결과로 얻어진 Fig. 6의 각 박막의 두께에 따른 탄성계수와 비교해서 유사한 값을 가지는 위치를 박막의 두께로 유추해서 P/h^2 를 h/t 의 함수로 나타내면 매우 잘 중첩됨을 알 수 있다. 이러한 결과를 Table 1에 나타내었다.

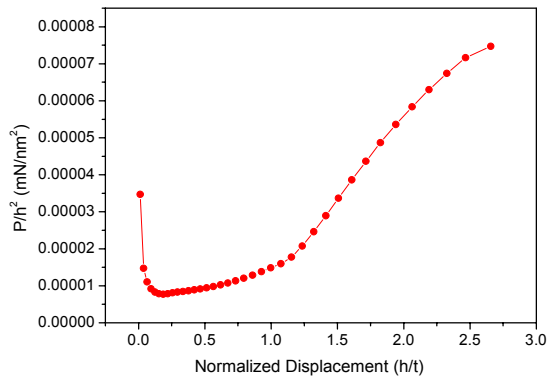


Fig. 4 P/h^2 vs. h/t of thickness calibration sample

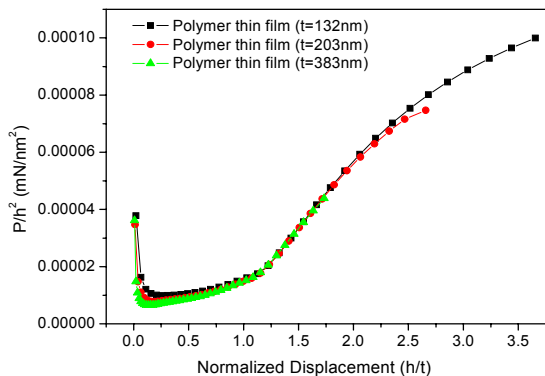


Fig. 5 P/h^2 vs. h/t for polymeric thin film samples with dissimilar thickness

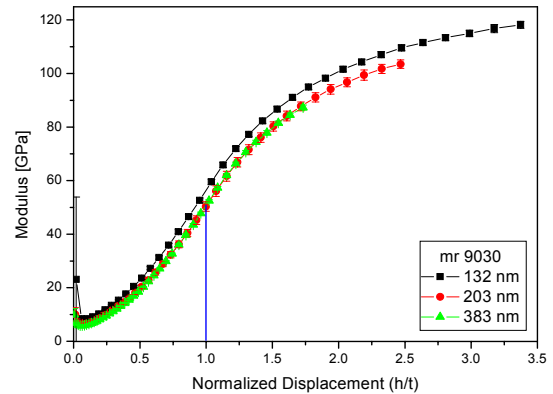


Fig. 6 Modulus vs. h/t for polymeric thin film samples

Table 1 Comparison of thickness measurement result (MR-I 9030 polymer)

Sample ID	Nanospec	Present method
A	132 nm	120 nm
B	203 nm	calibration sample
C	383 nm	376 nm

3. 임프린트용 소재 박막의 두께 측정

3.1 UV 임프린트 리소그래피

UV-나노 임프린트 리소그래피(UV-nano imprint lithography) 기술은 UV 경화소재를 사용하여 상온저압으로 나노 구조물을 제작할 수 있는 기법으로, 가열방식 나노 임프린트 리소그래피(nano-imprint lithography)에서는 일반적으로 실리콘 스탬프가 사용되는데 반하여, UV 투과성 재질인 수정(quartz), 유리(glass) 등으로 제작된 스탬프가 사용된다는 점이 특징이다. UV-나노 임프린트 리소그래피는 모재 위에 올려진 UV 경화소재를 UV 투과성 스탬프로 가압한 상태에서 UV를 조사하여 경화시킨 후, 이방성 에칭과정과 lift-off 과정을 거쳐 나노 패턴을 기판 위에 전사하는 방식이다.[5] 이에 대한 과정을 Fig. 7에 개략적으로 나타내었다.

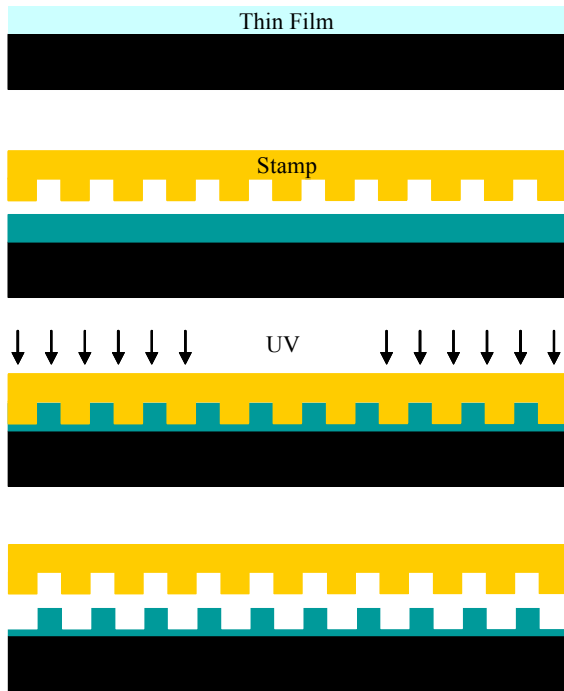


Fig. 7 Schematic of UV nano imprint lithography

3.2 임프린트된 소재의 두께 측정

본 연구에서는 UV-나노 임프린트 리소그래피에 의해 제작한 박막의 잔류두께를 측정하였다. 제작된 박막은 Fig. 8에 나타내었고, 간섭무늬를 통하여 두께변화가 있음을 확인할 수 있다.

실험에서 사용된 박막의 A와 B 지점이 측정 위치로 A지점을 단파장 타원법을 이용하여 측정하고, 압입시험을 통해 탄성계수와 P/h^2 값을 평균하여 두께측정을 위한 기준으로 활용하였다. 표시된 B의 직선은 나노인텐터를 이용하여 압입 시험을 통해 박막의 잔류두께를 측정하기 위한 경로이며, 미리 표시해둔 위치에서 단파장 타원법을 통해 두께를 미리 측정하고, 동일한 위치에서 압입시험을 통해 잔류 두께를 측정하여 두 방법의 차이를 Table 2에 나타내었다. 또한 압입 시험으로 얻어진 잔류두께의 결과를 바탕으로 탄성계수와 h/t 의 함수로 Fig. 9에 나타내면 매우 잘 중첩됨을 알 수 있다.

단파장 타원법을 이용한 측정 결과와 압입시험을 통한 두께 측정 결과사이에 약간의 차이가 있다. 이는 두께산정 기준으로 사용되는 두께의 결과와 실제 두께간의 오차를 가질 때, 이를 활용하는 다른 시험편의 결과에 영향을 미쳐서 오차를 전파할 가능성이 있기 때문이다. 또 나노

인텐터의 압입시험에 있어서 CSM방법에서 사용되는 주파수와 변위에 의해 결과에 편차가 생기기 때문이다. 더욱이 단파장 타원법은 일정한 위치의 두께를 측정하기 보다는 일정한 영역의 두께를 평균을 내는 방법을 취하기 때문에 국부 영역만을 압입하여 측정하는 압입시험법과는 차이가 존재한다. UV 경화 폴리머의 특성상 빛에 노출된 시간에 대한 의존성을 가지기 때문에, 단파장 타원법 측정과 압입시험간의 시간 차이에 의해서도 오차가 발생 할 수 있다.

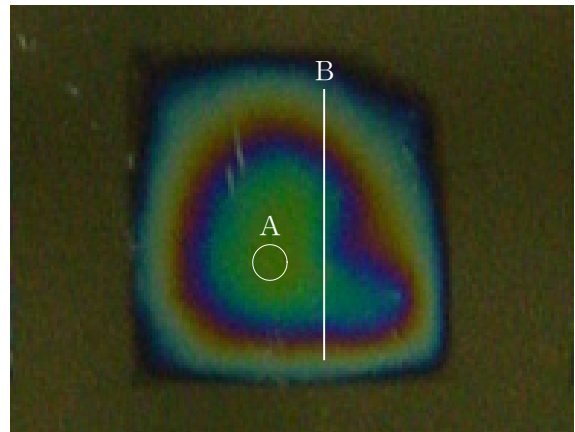


Fig. 8 Measurement location for residual thickness in polymer thin film sample

Table 2 Comparison of thickness measurement result (UV nano imprinted polymer)

	Nanospec	Nano indentation	Error
Reference	336 nm		-
Point 1	115 nm	103 nm	-11 %
Point 2	136 nm	133 nm	-2 %
Point 3	227 nm	205 nm	-10 %
Point 4	242 nm	225 nm	-7 %
Point 5	292 nm	287 nm	-2 %
Point 6	307 nm	310 nm	1 %
Point 7	311 nm	310 nm	0 %
Point 8	310 nm	-	-
Point 9	312 nm	312 nm	0 %
Point 10	253 nm	255 nm	-1 %

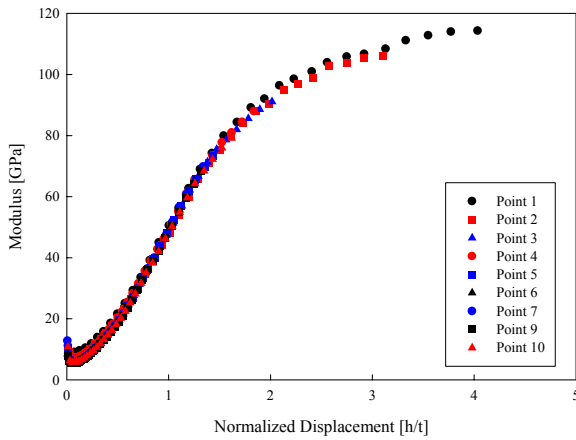


Fig. 9 Modulus vs. h/t along line B
(UV nano-imprinted polymer)

4. 결 론

본 연구에서는 나노 압입시험을 통하여 폴리머 박막의 잔류두께를 측정하는 방법을 제시하였다. 이 방법은 Oliver와 Pharr의 압입이론과 나노 압입시험의 차원해석에 그 이론적인 기초를 두고 있다. 보정시험편이 요구된다는 단점이 있으나, 매우 간편하게 국부적인 영역의 잔류두께를 측정할 수 있다는 장점이 있다. 제안된 측정방법으로 측정된 결과를 단과장 타원법의 결과와 비교하여 그 정확성을 검증하였다. 본 논문에서 제안된 방법을 이용하여 실제 나노 임프린트 공정을 이용한 박막에 적용한 결과, 신뢰할만한 결과를 얻었으며 유용한 방법이라 사료된다.

후 기

본 연구는 나노메카트로닉스개발사업단(과제번호 03-K14-01-013-1-0)의 지원으로 수행된 연구결과의 일부입니다.

참고문헌

- (1) MTS, Nano Indenter XP User Manual, 2002, MTS Systems Corporation
- (2) W. C. Oliver, 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, No. 6

- (3) G. M. Pharr, 1998, Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation, Materials Science and Engineering, A253, 153
- (4) S. Marie, M. Nadal, M. Ducarroir, E. Felder, 1997, Ceramic thin film thickness determination by nano-indentation, Journal of materials science letter, 16, 722-725
- (5) J. H. Jeong et al., 2003, Single-step UV nanoimprint lithography on a 4" Si wafer, KSPE, Proceedings of the KSPE Spring Annual Meeting 2003, 199