나노 압입자를 이용한 박막/모재 구조의 계면파괴인성치 평가

서병국† (KAIST)·엄윤용*(KAIST)

Evaluation of interfacial toughness of film/substrate by nanoindenter

Byung-Guk Suh and Youn-Young Earmme

Key Words: interfacial toughness(계면파괴인성치), nanoindenter(나노압입자), thin film(박막)

Abstract

A method to measure the interfacial toughness of film/substrate by nanoindenter is proposed. As the thickness of the film decreases, the measurement of the interfacial toughness requires the more sophisticated equipment such as nanoindenter. In this study, the nanoindenter is applied to the substrate near the interface of film/substrate in the direction perpendicular to the normal of the interface, causing the cohesive fracture of the substrate, followed by the interfacial cracking. The specimen of Cu(0.56 μm)/Si(530 μ) are made by sputtering the copper onto the silicon wafer. By scratching the copper surface, we can make the easy interfacial cracking during the nanoindentation. It is found that the averaged values of the interfacial toughness of the Cu/Si is 0.664±0.3 J/m^2. The phase angle of the specimen in this study is $\psi \simeq -36.8^\circ$, computed by the method of Suo and Hutchinson.[1]

1. 서 론

박막/모재 구조는 기계구조물을 비롯하여, 전자재료 패키지에서 많이 사용되고 있다. 이들 구조에서 쉽게 발견되는 파손의 형태로서 박막과 모재 사이의 계면파괴를 들 수 있다. 최근에는 Si(실리콘) 반도체에 다양한 재료의 박막을 증착하여, 신뢰성이 확보되지 않은 박막/모재 계면이 존재하게 된다. 이러한 형태의 파괴는 구조물의 성능을 저하시킬 뿐만 아니라, 구조물 전체 파손으로 발전할 가능성이 있으므로, 중요하게 다루고 있다. 계면파괴의 경우 균질재료 내에서 일어나는 파괴와 다른 거동을 보이는 것이 특징으로, 계면강도를 평가하는 척도로서 계면응력보다는 계면파괴인성치를 사용하는 것이 바람직하다. 이때 접합되는 박막과 모재의 재료나 형상에 따라 다양한 평가방법들이 제안되었으나, 박막 두께가 나노 스케일인 경우 기존의 시험법의 특성상 계면파괴인성치를 구하는 것이 쉽지 않다. Indentation test(압입시험)를 응용한 평가방법은 이러한 문제를 해결하는 방법 중의 하나이다. 특별히 본 연구에서는 Sanchez등[2]이 제안한 단면압입시험을 기반으로, 계면균열이 박막으로 쉽게 킹크되는 경우에 적용할 수 있는 계면파괴인성치 평가방법을 제안한다.

2. 평가 이론

2.1 계면파괴인성치

계면파괴역학에서는 계면균열의 진전 여부를 판단하는 척도로서 계면파괴인성치를 사용하는

---

† 한국과학기술원 기계공학과 대학원
E-mail : SuhBG@kaist.ac.kr
TEL : (042)869-3053 FAX : (042)869-3095
* 정회원, 한국과학기술원 기계공학과

데, 이것은 균열이 진전되기 바로 직전의 임계에너지방출률 G로서 정의된다. 그리고 계면파괴인성치를 평가하기 위해서는 균열진전이 시작될 때의 에너지방출률과 더불어, 해석할 시험편의 phase angle(위상각) ψ도 함께 정의되어야 한다. 이는 서로 다른 재료가 접합되어 있는 계면에서의 균열 거동이 균질 재료와는 다르기 때문이다.

두 재료가 붙어 있을 경우, 탄성계수가 4개이므로 재료 내부의 응력장을 표현하기 위해서는 3개의 무차원계수가 필요한 것처럼 보이지만, 이종재료의 거동을 표현하는데 2개의 매개변수만이 필요하다.[3] 이때 매개변수를 Dundurs parameter라고 하며, 식(1), (2)와 같이 정의한다.

$$\alpha = \frac{\mu_1(\kappa_2+1)-\mu_2(\kappa_1+1)}{\mu_1(\kappa_2+1)+\mu_2(\kappa_1+1)}, \qquad (1)$$

$$\beta = \frac{\mu_1(\kappa_2-1)-\mu_2(\kappa_1-1)}{\mu_1(\kappa_2+1)+\mu_2(\kappa_1+1)}. \qquad (2)$$

여기서 아래첨자 1과 2는 두 재료를 가리키며, μ는 shear modulus(전단계수)이고, 평면변형률 상태인 경우 $\kappa = 3-4\nu$, 평면응력 상태인 경우 $\kappa = (3-\nu)/(1+\nu)$, ν는 포아송비이다. 이들 매개변수에 의해, 균열면을 따라 존재하는 응력의 변화는 식(3)으로 주어진다.[1]

$$\begin{aligned} \sigma_{22} + i\sigma_{12}\big|_{\theta=0} &= \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} r^{i\epsilon} \\ &= \frac{|K|}{\sqrt{2\pi r}} e^{i\psi}. \end{aligned} \qquad (3)$$

여기서 $K(=K_1+iK_2)$는 복소응력강도계수이다. $i=\sqrt{-1}$, r은 crack tip(균열선단)부터의 거리이고, $\theta=0$는 계면 상의 점을 나타낸다. bimaterial constant(이종재료상수) ϵ은 식(4)로 주어진다.

$$\epsilon = \frac{1}{2\pi}\ln\left(\frac{1-\beta}{1+\beta}\right). \qquad (4)$$

Mode mixity(모드 혼합도)를 나타내는 위상각 ψ는 다음의 식(5)로 표시된다.

$$\begin{aligned} \psi &= tan^{-1}\left(\frac{\sigma_{12}}{\sigma_{22}}\bigg|_{\theta=0}\right) \\ &= tan^{-1}\left[\frac{Im(Kr^{i\epsilon})}{Re(Kr^{i\epsilon})}\right] \\ &= tan^{-1}\left(\frac{K_2}{K_1}\right) + \epsilon ln r. \end{aligned} \qquad (5)$$

균질재료와는 달리, 이종재료의 응력장은 식(3)에서 볼 수 있듯이 $r^{i\epsilon}$의 항이 추가되어, 균열선단의 아주 작은 영역에서 진동하는 성질을 지니게 된다. 복소응력강도계수 K의 단위가 $(stress)\times(length)^{1/2-i\epsilon}$가 되어 균질재료와는 다른 단위의 복소수가 포함되는 문제점을 해결하기 위해, Rice[8]는 characteristic length (특성길이) $\hat{r}$을 도입하여 응력강도계수(K_I 및 K_{II})의 물리적 단위가 균질재료의 경우와 동일하게 $(stress)\times(length)^{1/2}$이 되도록 함으로써, 기존의 실험결과들과 비교가 가능하게 하였다. 이때 특성길이는 보통 균열길이나 시편의 형상에 기초한 값을 택하는데, 특성길이의 값에 따라서 외부에서 가해지는 하중각(load phase)과 실제 균열선단의 위상각(phase angle)과 차이가 생기게 된다.

식(5)에서 알 수 있듯이 $\epsilon=0$이 아니면, $\epsilon ln r$항은 계속 남게 되어, 외부 하중각이 0(단순인장인 경우)으로 주어지더라도 계면균열선단에서의 위상각이 존재(전단응력 발생)하게 된다. 따라서 계면균열에서는 일반적으로 하중각과 위상각의 값이 일치하지 않으므로 올바른 해석을 위해서는 하중혼합도에 대한 고려가 필수적이다.

2.2 에너지방출률

Fig. 1처럼 박막에 계면박리를 야기하는 하중 F를 가하면 계면을 따라 균열이 진전하게 되는데, 균열이 더 이상 진전하지 않는 평형상태에 이르면, 이 때의 균열길이 a를 임계균열길이라고 정의한다. 작용하중에 대한 임계균열길이를 알게

되면 이로부터 임계에너지방출률 G를 결정할 수 있으며, 계면파괴역학에서는 이것을 계면파괴인성치로 정의하고 있다. 단면압입시험으로부터 발생한 일정 형상의 계면박리 형상과, 박리로 인해 박막에서 발생하는 deflection(처짐량) $\varDelta$는 각각 계면균열길이 a와 작용하중 F에 대응하므로, 단면압입시험을 통해서 계면파괴인성치를 평가하는 것이 가능함을 알 수 있다.

Fig. 1과 같은 평가모델은 집중하중을 받고 있는 폭이 넓은 cantilever slab(외팔보 슬라브)로 볼 수 있으므로, 균열진전길이 a와 압입자로부터 가해진 하중 F, 그리고 처짐량 $\varDelta$는 각각 외팔보의 길이, 집중하중, free edge(자유단)의 처짐량으로 대치할 수 있다. 이때 자유단의 처짐량 $\varDelta$는 식(6)과 같이 표현된다.[5]

$$\varDelta = K_y \frac{Fa^2}{\pi D}. \tag{6}$$

여기서 D는 $D = Eh^3/12(1-\nu^2)$로 표현되는 평판상수(flexural rigidity of the plate)이다. 이때 E는 평판의 탄성계수이고, h는 평판의 두께, 그리고 ν는 포아송 비를 나타낸다. K_y는 무차원계수로서, Roark과 Young[5]의 수치계산표로부터 평판길이 a에 대한 평판너비 B의 비 (B/a)와 하중위치 c(Fig. 1 참고)의 비(c/a)에 따라 그 값을 결정할 수 있다. 식(6)으로부터 elastic compliance C는 다음과 같다.

$$C = \frac{\varDelta}{F} = \frac{K_y a^2}{\pi D}. \tag{7}$$

이 때 모델을 선형탄성으로 취급한다면, 에너지방출률 G는 하중일정$(F = constant)$이거나 변위일정$(\varDelta = constant)$인 경우, 모두 동일한 결과를 얻을 수 있다.

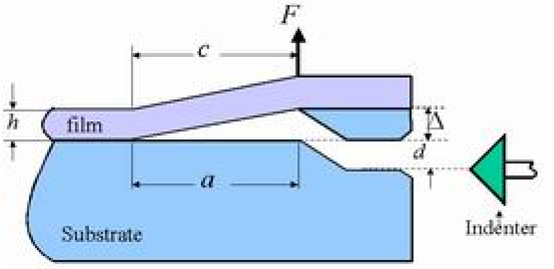

Fig. 1 Cantilever slab model(where h is film thickness, d is distance from interface to indenter tip, a is crack length, $\varDelta$ is deflection, c is distance from fixed end to point of application, and F is applied force).

$$\begin{aligned} G &= \frac{F}{2B}\left(\frac{d\varDelta}{da}\right)_{F=constant} \\ &= \frac{F^2}{2B}\frac{dC}{da} = K_y \frac{F^2 a}{\pi BD}. \end{aligned} \tag{8}$$

여기서 B는 평판의 너비이다.

Obreimoff[6]의 방법과 같이, 쐐기의 두께에 기인한 작용하중 F에 의해 계면균열길이 a가 발생한다면, 식(6)으로부터 $F = \pi D\varDelta / K_y a^2$이고, 따라서 외팔보 슬라브 모델에 대한 에너지방출률 G는 식(8)에 위의 F 표현식을 대입하여, 다음의 식(9)와 같이 표현할 수 있다.

$$G = \frac{\pi}{K_y}\frac{D\varDelta^2}{Ba^3}. \tag{9}$$

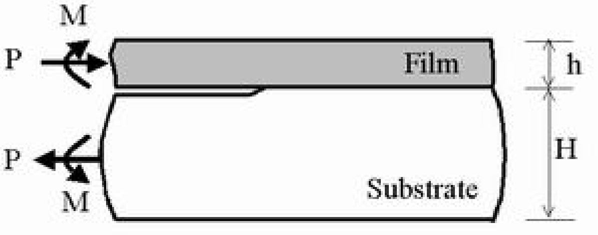

Fig. 2 Infinite double strip model

2.3 위상각 결정

위상각의 계산을 위해서, Suo와 Hutchinson[1]의 무한 이중 띠 문제의 해를 참고하였다. 무한 이중 띠 문제는 Fig. 2와 같으며, 박막의 두께는 h, 모재의 두께는 H로 정의하였다. 이 때 경계조건에서 $P=0$이고, 순수 굽힘모멘트 $M(=Fa)$만 존재한다고 하면, 본 연구에서 제안한 외팔보 슬라브 모델로 등가 시킬 수 있다.

본 연구에서 사용한 Cu(0.56 μm)/Si(530 μm) 시편에 대한 4장의 재료물성값으로부터 $\alpha=0.036$, $\beta=-0.016$이다. 이로부터 특성길이 $\hat{r}$를 박막의 두께 h로 정한 Suo와 Hutchinson[1]의 계산방법과 계산표를 이용한 결과, Cu/Si 시편의 위상각은 $\psi=-36.8^\circ$이다.

3. 실험 방법

3.1 시편 제작 및 실험 장비

시편은 BAL-TEC사의 Sputter Coater를 이용하여, 4″P-100 type Si 웨이퍼(두께 500~550 μm)에, 0.56 μm두께로 Cu 박막을 증착시킨 구조물을 사용하였다. 이때 단면에 대해 압입시험을 수행하기 위해서는 박막이 증착된 웨이퍼로부터 깨끗하고 평평한 단면을 가진 시편을 만들어야 하는데, 웨이퍼의 결정방향에 따른 cleavage line을 이용하여 얻을 수 있다. 한편 vise가 부착된 puck을 이용하면, 단면압입시험에서 시편의 고정을 쉽게 할 수 있다.

시험장비로는 MTS 사의 Nano Indenter® XP(하중분해능 50 nN 이하, 변위분해능 0.01 nm 이하)를 사용하였고, load-depth sensing technique을 이용하여 압입시험 중 가해진 하중과 압입자의 변위를 동시에 실시간으로 측정할 수 있는 것이 특징이다. 압입자의 경우 Berkovich 압입자를 사용하는데, 다이아몬드 재료로 만들어져있으며, 압입자 선단의 곡률반경은 50 nm 이하이다. 이 시험 장비를 사용하여 스크래치시험과 단면압입시험을 모두 수행할 수 있다.

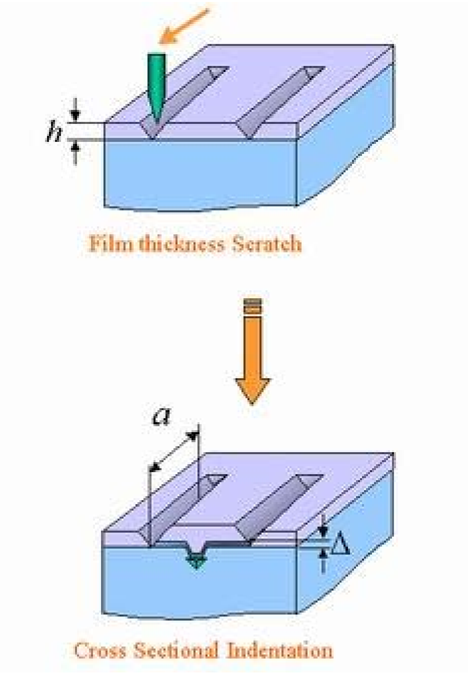

Fig. 3 Scratch and cross-sectional indentation test

3.2 외팔보 슬라브 모델에 따른 단면압입시험

계면균열이 박막으로 쉽게 킹크되는 경우에 적용할 수 있는 계면파괴인성치 평가방법은 Fig. 3과 같이 박막표면 위에 일정 간격으로 스크래치를 한 후, 단면압입시험을 수행하는 것이다. 압입시험기를 이용하여 박막표면에 박막두께 이상의 깊이로 스크래치를 행한 후, 단면압입시험을 수행하게 되는데, 압입시험 중 모재에서 발생한 균열은 계속되는 압입과정으로부터 스크래치 사이의 박막 아래 계면을 따라 진전하게 된다. 이러한 계면균열 진전으로 야기된 스크래치 사이의 박막 변형 양상을 외팔보 슬라브(cantilever slab)로 모델링 할 수 있다.

3.3 계면균열길이와 슬라브의 처짐량 결정

Fig. 3에서와 같이 슬라브 길이에 대응하는 계면균열길이 a와 슬라브 처짐량 Δ를 결정한다면, 식(9)를 통해서 계면파괴인성치를 계산할 수 있다. 계면균열길이의 경우 Fig. 4처럼 SEM(주사전자현미경)을 이용하여 관찰하고 측정할 수 있다. 이때 슬라브 좌측길이 a_L과 우측길이 a_R이 다르므로 측정편의를 위해 평균값인 $(a_L+a_R)/2$를

평균계면균열길이 a_A로 정하였다. 또한 단면압입시험 결과 슬라브 밑면에 형성된 쐐기부분에는 계면파괴가 일어나지 않았으므로 전체 계면균열길이에서 쐐기가 차지하는 양을 제할 필요가 있다. 쐐기는 반원 형상이므로 평균계면균열길이 a_A로부터 쐐기반경크기 a_W 를 제한 값을 계면균열길이 $a(=a_A-a_W)$로 결정하였다.

슬라브 처짐량은 Sanchez등[2]과 같이 단면압입시험의 하중-변위 선도로부터 결정할 수 있다. 압입시험은 기본적으로 하중제어를 하고 있기 때문에, 압입시험 중 시편에 파괴가 발생하면 급격한 압입깊이 증가를 보이게 된다. Fig. 5에서처럼 압입시험 중 발생하는 파괴는 하중-변위 선도에 계단(Fig. 5에서 A와 B사이의 변위도약 구간)으로 나타남을 확인할 수 있다. 보통 취성재료에서의 파괴발생은 순간적으로 이루어지고, Si 모재에서 파괴가 시작되므로 Cu/Si 계면의 파괴하중을 결정할 수 없다. 하지만 파괴발생 후 unloading(제하)이 시작되는 순간에 계면균열진전이 멈추므로 파괴발생 순간부터 제하시작 순간까지의 압입깊이 y_D(Fig. 5)로부터 박막 끝단의 처짐량 Δ를 구할 수 있으며, 이를 통해 계면균열이 평형상태에 있을 때의 작용하중 F를 구할 수 있다.

한편 Fig. 5의 하중-변위 선도에서 총 압입깊이 y_U는 모재의 소성변형에 대응하는 residual depth(잔류압입깊이) y_R과 박막의 처짐량 Δ에 관계되는 압입자변위 y_D의 합으로 표현된다.[2]

$$y_U=y_R+y_D. \tag{10}$$

이때 잔류압입깊이 y_R은 하중-변위 선도의 A점까지 loading(부하)하고서도 파괴가 발생하지 않고 곧바로 제하가 이루어질 때, 압입 위치에 소성변형에 의해 남게 되는 압흔 깊이이다. 그리고 Berkovich 압입자의 기하학적 형상으로부터, 박막의 처짐량 Δ와 압입자 변위 y_D의 관계는 다음과 같다.[2]

$$\Delta=y_D\times tan65.3^\circ. \tag{11}$$

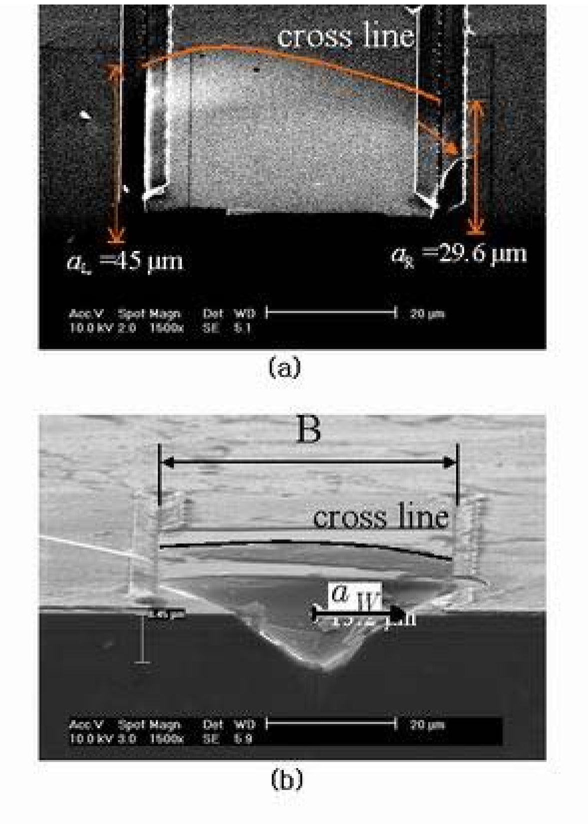

Fig. 4 SEM photos. (a)measuring interfacial crack length (b)wedge radius a_W

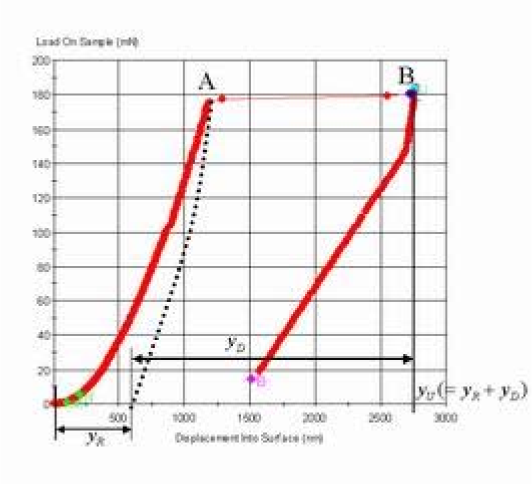

Fig. 5 Load - tip displacement curve (Fracture occurs)

4. 결 론

본 연구에서 사용한 시편은 Cu/Si 구조이고, 이들 재료를 등방성 재료로 가정하였다. 구리의 경우 $E_c = 117GPa$, $\nu_c = 0.33$이고, 실리콘의 경우 $E_s = 130GPa$, $\nu_s = 0.28$이다.[7] 식(1)과 식(2)로부터 구한 Dundurs parameter는 $\alpha = 0.036$, $\beta = -0.016$, 그리고 식(4)로부터 bimaterial constant는 $\epsilon = 0.005$이다.

제안한 시험법을 적용한 결과는 Table 1과 같다. 여기서 a는 계면균열길이이고, Δ는 박막의 처짐량, 그리고 G는 임계에너지방출률이다. 이들 결과로부터 임계에너지방출률의 평균값은 0.664 J/㎡(표준편차는 0.3)이며, 이때의 위상각은 2.3절에서 계산한 것처럼 $\psi = -36.8^\circ$이다.

향후 제안한 계면파괴인성치 평가방법으로부터 보다 신뢰할만한 결과를 얻기 위해서는 처짐량과 균열길이를 결정하는 방법을 보완할 필요가 있으며, 수치해석을 통한 검증을 통해 모델링을 향상시키는 것이 필요하다. 그리고 시험법의 적용성을 검증받기 위해서 Cu/Si 구조 이외의 다양한 접합 구조에 제안한 시험법을 적용해보는 것도 필요하다.

Table 1 Test result

Test	Interfacial crack length a (μm)	Deflection of film Δ (μm)	Critical energy release rate G (J/m^2)
1	25.1	4.76	0.46
2	24.1	6.82	1.00
3	28.2	4.78	0.66
4	21.3	4.46	0.86
5	24.9	5.85	1.01
6	31.0	4.00	0.34
7	45.4	6.11	0.32

후 기

본 연구는 전자패키지의 신뢰성 평가 기술 개발을 위한 국가 지정 연구실인 CARE(Computer Aided Reliability Evaluation)의 지원으로 수행되었습니다.

참고문헌

(1) Suo, Z. and Hutchinson, J.W. (1990), "Interface crack between two elastic layers," Int. J. of Fracture *43*, pp. 1-18

(2) Sanchez, J.M. et al. (1999), "Cross-sectional nanoindentation: A new technique for thin film interfacial adhesion characterization," Acta Materialia *47*, pp. 4405-4413

(3) Dundurs, J. (1969), "Edge-bonded dissimilar orthogonal elastic wedges," J. of Applied Mechanics *36*, pp.650-652

(4) Rice, J.R. (1988), "Elastic fracture mechanics concepts for interfacial cracks," J. of Applied Mechanics *55*, pp. 98-103

(5) Roark, R.J. and Young, W.C. (1975), *Formulas for stress and strain* 5th ed., McGraw-Hill Inc.

(6) Obreimoff, J.W. (1930), "The splitting strength of mica," Proceeding of The Royal Society Ser.*A 127*, pp.290-297

(7) Bhushan, B. (1999), *Handbook of micro/nanotribology* 2nd ed., CRC Press