나노 코팅재 TiN 의 마이크로 인장 특성 평가

허용학† ·김동일**·한준희*·김광석*·연순창***·김용협***

Evaluation of Micro-Tensile Properties for Nano-coating Material TiN

Yong-Hak Huh, Dong-Iel Kim, Jun-Hee Hahn, Gwang-Seok Kim, Soon-Chang Yeon and Yong-Hyub Kim

Key Words: Hard coating material(경질 박막 소재), TiN, Micro-ESPI(마이크로 ESPI), micro-tensile test(마이크로인장시험), Tensile Strength(인장강도)

Abstract

Tensile properties of hard coating material, TiN, were evaluated using micro-tensile testing system. TiN has been known as a hard coating material commonly used today. Micro-tensile testing system consisted of a micro tensile loading system and a micro-ESPI(Electronic Speckle Pattern Interferometry) system. Micro-tensile loading system had a maximum load capacity of 500mN and a resolution of 4.5 nm in stroke. TiN thin film 1μm thick was deposited on the Si wafer pre-deposited of Si_3N_4 film substrate by the closed field unbalanced magnetron sputtering (CFUBMS) process. Three kinds of micro-tensile specimen with the respective width of 50μm, 100μm and 500μm were fabricated by MEMS process. The mechanical properties including tensile strength and elastic modulus were determined using the micro-tensile testing system and compared by those obtained by nano-indentation

기호 설명

ε : 마이크로인장 변형률
λ : 레이저의 파장
θ : 레이저 관의 시험편에 대한 입사각 (시험편면의 수직된 방향에 대한 각)
D_p : 간섭패턴에서의 프린지간의 거리

1. 서 론

TiN(Titanium Nitride)는 가장 흔히 사용되는 경질 박막 중의 하나이다. TiN은 성능, 외관 그리고 안전성 등의 강점으로 절삭공구, 의료용 기기를 비롯한 많은 공업용 부품에 폭넓게 사용되고 있다. 특히 최근에는 나노 기술의 발전에 따라 나노 구조물에 까지 그 사용 영역이 넓혀지고 있다. 일반적으로 증착된 TiN의 두께는 증착되는 조건에 따라 0.25μm에서 12μm까지의 범위에 있고, 이러한 박막에서 결정되는 탄성계수도 100GPa에서 700GPa의 비교적 넓은 범위에 물성 변화를 가진다.(1) 이러한 제작 조건에 따른 민감성을 보이는 나노 박막들을 마이크로 혹은 나노 구조물에 신뢰성 기반을 둔 사용 및 설계를 위해서는 이들 물성에 대한 평가가 필요하다.

박막의 기계적 성질을 측정하는 것은 그리 쉽지 않으나, 마이크로 인장 시험법(micro-tensile test), 나노 압입법(nano-indentation test), 빔 굽힘법(beam bending test)과 팽창법(bulge test)등과 같은 직접적으로 혹은 간접적으로 측정하는 방법 들이 제안되고 있다.(2) 이중 마이크로 인장 시험법은 인장 특성을 직접 측정할 수 있는 방법으로 알려

+ 책임저자, 회원, 한국표준과학연구원
E-mail:yhhuh@kriss.re.kr,
Tel:042-868-5386, Fax: 042-868-5635
* 한국표준과학연구원 물질량부
**전남대학교 기계공학과 박사과정
***서울대학교 항공기계공학부

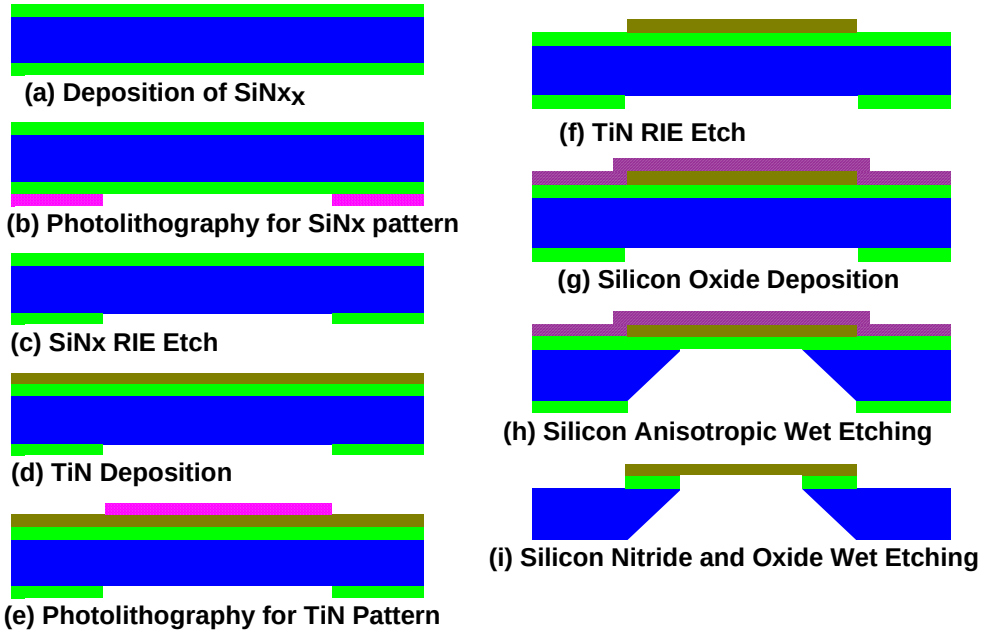


Fig. 1 Schematic illustration of the procedure for fabrication of micro-sized tensile specimens

지고 있고, 레이저 간섭법[3-5]을 이용한 변형 측정 시스템이 포함된 인장 시험 시스템이 가장 대표적인 시험 시스템중의 하나이다.

본 연구에서는 1㎛두께의 TiN 박막을 이용하여 마이크로 인장 시험을 수행하였다. 본 연구에서 이용한 TiN 박막은 Si 웨이퍼위에 증착되었고 이를 MEMS공정을 이용하여 인장시험편을 제작하였다. 마이크로 인장 시험편은 본 연구에서 개발한 인장 시험 시스템을 사용하여 인장 되었고 이로부터 응력-변형률 곡선 및 인장 특성이 결정되었다.

2. 실험 방법

2.1 TiN 증착

TiN film은 두께 500㎛의 Si(100) 웨이퍼 위에 스퍼터링(CFUBMS; closed-field unbalanced magnetron sputtering)법을 이용하여 증착하였다. Si 웨이퍼는 TiN 박막 증착 전에 보호막 역할을 하는 질화규소(Si_3N_4)를 약 1㎛ 정도 증착한 것을 사용하였다. 질화규소는 LPCVD(Low pressure chemical vapor deposition)으로 140mTorr의 압력과 40Å/min 의 속도로 양면 폴리싱된 Si 웨이퍼에 증착되었다. Si 웨이퍼는 증착 쳄버(size : diameter 250 mm, L=300 mm)에 장입 한 후에 로터리 펌프와 터보 펌프를 이용하여 기본 압력을 3×10-5 Torr까지 배기하였다. 배기 한 후 Ar 가스를 주입하여 쳄버내 압력을 2.4×10-3 Torr로 유지한 후 반응성 가스인 N_2 가스를 주입하여 2.8×10-3 Torr에 도달하게 한 후 코팅을 실시하였다. 이때 쳄버내 압력은 압력조절시스템을 이용하여 항상 일정하게 유지되도록 하였다. 그리고 Ti 타겟(target)에 인가하는 타겟전력(targetpower)는 펄스 DC 2.5kW (frequency 25 kHz and duty cycle 50%)를 인가하였으며, 타겟 과 모재(Si wafer)와의 거리는 약 5cm로 하여 증착하였다.

2.2 마이크로 인장 시험편 제작

마이크로 인장 시험을 수행하기 위하여 마이크로 인장 시험편을 Fig. 1에서 보여준 바와 같은 MEMS 공정을 사용하여 제작하였다. 1㎛ 두께로 증착된 질화 규소막은 실리콘 이방성 식각 보호막 패턴 형성을 위하여 사진공정(photolithography)을 통해 감광막에 패턴을 형성하고, 반응성 이온 건식 식각을 이용하여 질화 규소막에 패턴을 형성하였다. 스퍼터링(CFUBMS)으로 TiN 박막을 증착하고 TiN 박막 위에 감광막을 회전 도포하였고, 사진 공정을 통해서 감광막에 패턴을 형성한 후 이를 마스크(보호막)으로 반응성 이온 건식 식각을 통해서 TiN 박막에 패턴을 형성하였다. TiN

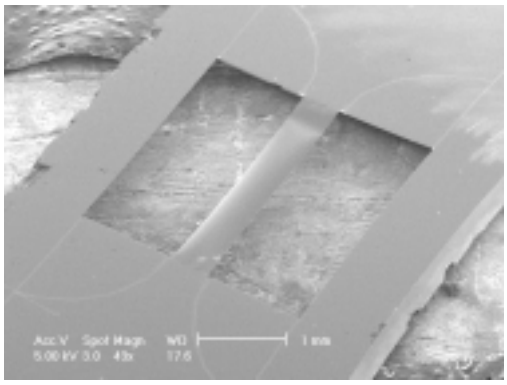


Fig.2 Specimen fabricated by MEMS process

박막의 손상을 막기 위하여 실리콘 산화막 1㎛을 PECVD(Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition)으로 증착하였다. TMAH를 사용한 실리콘 이방성 습식 식각을 이용하여 Fig. 1 (h)와 같은 인장 시험편 구조를 형성한다. 마지막으로 질화 규소와 산화막은 49% 농축된 HF 용액을 사용하여 습식 식각하여 제거하여 시험편 제작을 완수하였다.

이와 같은 공정을 통하여 마이크로 인장 시험편을 제작하였으며, Fig. 2은 본 연구에서 제작한 시험편을 나타낸다. 너비가 50㎛, 100㎛ 그리고 500㎛인 세 종류의 시험편을 제작하였다.

2.3 마이크로 인장 시험 시스템

Fig. 3은 본 연구에서 사용한 마이크로 인장 시험 시스템의 개략도를 나타낸다. 본 시스템은 마이크로 인장 부하 시스템과 면내 인장변형 시스템(마이크로 ESPI시스템)으로 구성되어 있다. 마이크로 인장 부하시스템에 사용된 하중 센서는 최대 용량이 500 mN이고 하중 구동체는 4.5 nm의 변위 해상도를 가지고 있다.

면내 인장 변형을 측정하기 위하여 Fig, 3에서 보여준 바와 같이 마이크로 ESPI 시스템이 사용되었다. 시험편의 측정 방향에 대하여 대칭으로 위치한 2개의 레이저 빔이 시험편에 조사되고 시험편으로부터 반사된 스페클 이미지는 CCD 카메라로 획득하도록 하였다. 스페클 패턴 화상은 프레임 획득기(frame grabber)를 통하여 컴퓨터에 저장되도록 하였다. 이러한 획득된 화상을 사용하여 시험편의 면내 인장 변형은 연속적인 변형 측정 기법으로부터 결정되어진다. 이 때 인장 변형

Fig. 3 Schematic drawing of micro-tensile testing system used in this stud

은 다음과 같은 식을 이용하여 결정한다.

$$\varepsilon = \frac{\lambda}{2D_p \cos\theta} \qquad (1)$$

여기서 λ와 θ는 각각 레이저의 파장(He-Ne 레이저에서는 632.8nm)과 레이저 관선의 입사각을 나타낸다. 또한 Dp는 간섭 스페클 패턴에서의 프린지간의 간격을 나타낸다.

3. 결과 및 토의

3.1 나노 인덴터로 측정된 기계적 성질

스퍼터링(sputtering;:CFUBMS)로 Si 웨이퍼위에 증착된 TiN의 기계적 성질을 나노 압입 시험(nano indentation test)로 측정하였다. 나노 압입 시험에서 나노 압자(nano-indenter XP:MTS)는 Berkovich 다이아몬드 팁이 사용되었고, 압입 깊이는 300 nm로 하였다. 300 nm 압입 깊이까지 측정된 1㎛ 두께의 TiN 박막의 경도 및 탄성계수는 Fig. 4에 나타난바와 같다. 압입 깊이까지 연속적으로 측정된 두 성질의 연속적인 측정은 연속 강성법(continuous stiffness method;CSM)을 사용하여 얻어졌으며, 연속 부하 및 제하 압입동안 45Hz의 진동이 가해졌다. 압입동안 시험은 $0.05s^{-1}$의 변형률 속도로 제어되었고 피크하중에서는 10초동안 정지하였다. 피크하중의 90%까지 제하속도는 10㎲N/s이었다. Fig. 4에서 보여준 바와 같이 측정된 경도는 약 50 nm의 압입 깊이에서 최

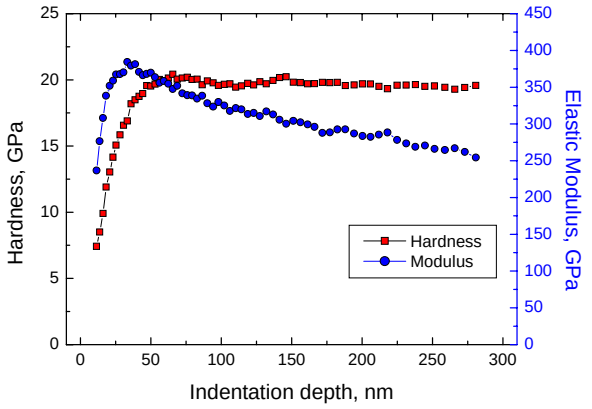


Fig. 4 Variation of hardness and elastic modulus with indentation depth in TiN film.

대 깊이까지 거의 일정하였다. 이로부터 TiN 박막의 경도는 약 20 GPa이라고 할 수 있으며, 경도의 측정은 substrate의 영향을 거의 받지 않는다고 할 수 있다. 이에 반하여 Fig. 4에서 나타난 바와 같이, 탄성 계수의 값은 초기에는 증가하다가 최대 탄성 계수의 값에서 상당한 일정한 부분을 보이지 않고 370 GPa의 최대치에서 서서히 떨어지고 있다. 이는 substrate의 강성이 본 연구에 사용한 TiN 박막의 두께에서 탄성계수 측정에 영향을 미치고 있다고 할 수 있다. 따라서 본 측정에서 1㎛ 두께의 TiN에서 탄성계수는 나노 압입 시험으로터 정확하게 얻을 수 없음을 알 수 있다.

3.2 마이크로 인장 시험으로터 결정된 응력-변형률 곡선과 인장 특성

Fig. 5는 실험에서 얻어진 인장 하중 곡선과 스페클 패턴의 예를 나타낸다. 시험편의 변형이 진전됨에 따라 시험편에서 얻어지는 전형적인 프린지 패턴을 Fig. 5에 나타내었다. 시험편의 너비가 시험부의 길이에 비하여 상대적으로 넓지 않지만 시험편의 하중축에 직각인 방향의 평행한 프린지 패턴이 명확하게 나타나고 있다. 이에 반하여 폭이 넓은 시험편에서는 이러한 일관된 프린지 패턴이 측정되지 않고 있다. 이는 너비가 넓은 시험편에서는 시험편의 제작동안 존재하는 이축 방향의 잔류응력이 영향을 미치고 있음을 나타낸다.

시험동안 나타나는 인장 변형은 연속적인 변형 측정 알고리즘을 사용하여 프린지 패턴으로부터 결정할 수 있다. 계산된 변형률과 이에 대한 응력으로부터 응력-변형률의 곡선을 그릴 수 있다. 이렇게 결정된 TiN 박막의 인장 곡선은 Fig. 6과 같다. 이들 곡선으로부터 TiN 박막은 소성 변형을 동반하지 않는 선형 탄성체임을 알 수 있다. 따라서 이들 곡선으로부터 인장 강도와 탄성 계수만이 결정되어진다.

Fig. 7은 1㎛ 두께의 TiN에서 결정된 탄성 계수와 인장 강도를 나타낸다. Fig. 7에서 보여준 바와 같이 폭 50㎛ 의 시험편과 폭 100㎛ 의 시험편에서 얻어진 인장 강도는 거의 같음을 알 수 있다. 또한 두 종류의 폭의 시험편에서 얻어진 탄성 계수도 거의 같아, 이들 두 인장 특성은 시

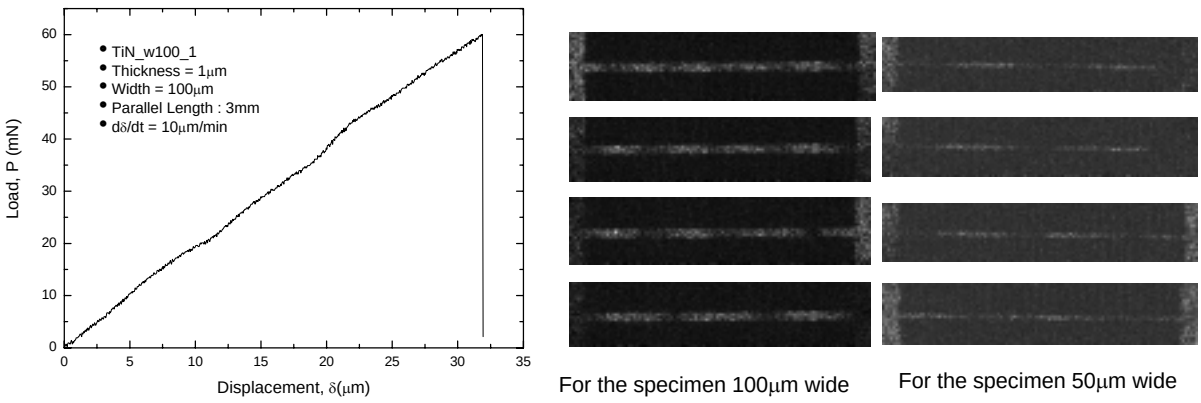
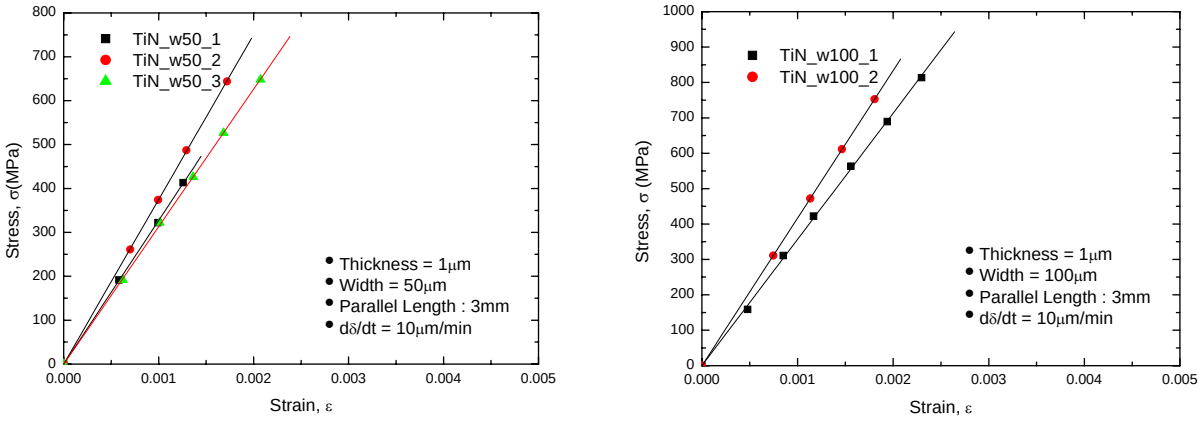


Fig. 5 Typical tensile load-displacement curve and the speckle patterns for narrow and medium specimen with progress of the tensile deformation.



(a) for narrow (50 ㎛ wide) specimen (b) for medium (100 ㎛ wide) specimen

Fig. 6 Tensile stress-strain curve in TiN thin fil

험편의 너비에 큰 영향을 받지 않고 있음을 알 수 있다. 그러나 이는 제한된 범위의 시험편 폭에서 얻어진 결과이므로 향후 더 많은 데이터로 그 경향에 대한 결론을 도출할 필요가 있다. 이러한 마이크로 인장 시험에서 얻어진 탄성 계수의 결과는 다소 substrate의 영향이 고려된 나노 압입 시험에서 결정된 탄성 계수와 비교할 수 있다. Fig. 4와 Fig. 7에서 알 수 있듯이 이들 두 결과는 거의 비슷한 값을 보이고 있다.

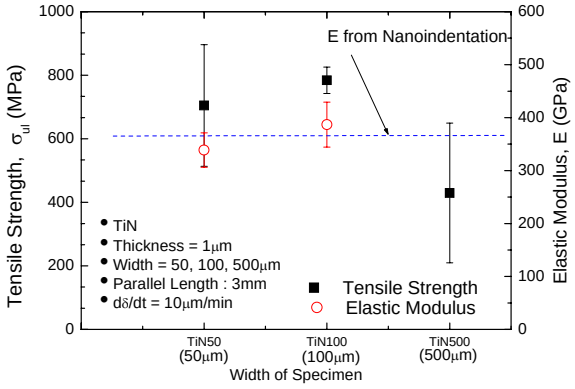


Fig. 7 Tensile strength and elastic material for TiN thin film

4. 결 론

경질 코팅재 TiN의 인장 특성이 마이크로 인장 시험과 나노 압입 시험을 통하여 측정되었다. 두께 1㎛의 TiN 박막은 마그네트론 스퍼터링(CFUBMS)에 의하여 Si 웨이퍼에 증착되었고 이를 MEMS공정을 이용하여 폭이 다른 3종류의 인장 시험을 제작하였다. 이들 시편에 대한 인장-변형률 곡선이 마이크로 ESPI시스템과 마이크로 인장 부하 시스템을 사용하여 얻어졌다. 이들 곡선으로부터 인장강도와 탄성계수가 성공적으로 각각 결정되었다. 이들 결과는 나노 압입시험으로부터 결정한 탄성 계수와 비교되었다.

후기

본 연구에 지원을 하여준 나노 소재 개발 사업단(21C 프론티어 사업단)과 한국표준과학연구원에 감사를 드립니다.

참고문헌

(1) Datasheet on Physical Properties of TiN Coatings, BryCoat Inc.

(2) Mohamed Gad-el-Hak, 2002, The MEMS Handbook, CRC Press.

(3) Sharper W.N., Jr., Yuan B., and Edwards R.L., 1997, "A New Technique for measuring the mechanical properties of thin films,", J. microelectromechnical systems, Vol. 6 No. 3,

(4) Read D.T., 1998, "Young's Modulus of Thin

Films by Speckle Interferometry", Measurement Science and Technology 9, pp. 676-685.
(5) Espinosa, H.D., Pronrok, B.C., and Fisher, M., 2001, "A Novel Experimental technique for Testing Thin Film and MEMS Materials," Proc. of the SEM Annual Conf". pp. 446-449.
(6) Huh Y.-H. Huh, Kim, D.I, Kim, D.J, Park, P. Kee, C.H., Park, J-H, 2003, "Application of micro-ESPI Technique for Measurement of Micro-Tensile Properties," Proc. of APCNDT2003