

단결정 실리콘 박막의 미소인장 물성 평가

이상주* · 한승우 † · 김재현* · 이학주*

Micro-tensile Test for Micron-sized SCS Thin Film

Sang-Joo Lee, Seung-Woo Han, Jae-Hyun Kim and Hak-Joo Lee

Key Words : Single crystal silicon thin film(단결정실리콘 박막), micro-tensile test(미소인장시험), Young's modulus(탄성계수), Poisson's ratio(푸아송비)

Abstract

The mechanical behavior of small-sized materials has been investigated for many industrial applications, including MEMS and semiconductors. It is challenging to obtain accurate mechanical properties measurements for thin films due to several technical difficulties, including measurement of strain, specimen alignment, and fabrication. In this work, we used the micro-tensile testing unit with the real-time DIC (Digital Image Correlation) strain measurement system. This system has advantages of real time strain monitoring up to 50 nm resolution during the micro-tensile test, and ability to measure the young's modulus and Poisson's ratio at the same time. The mechanical properties of SCS (Single Crystal Silicon) are measured by uniaxial tension test from freestanding SCS which are 2.5 μm thick, 200-500 μm wide specimens on the (100) plane. Young's modulus, Poisson's ratio and tensile strength in the $\langle 110 \rangle$ direction are measured by micro-tensile testing system.

1. 서 론

나노 구조물을 이용하여 새로운 제품을 제조하기 위해서는 나노 구조물의 여러 가지 물성들이 파악되어야 한다. 이러한 물성들은 반복성(repeatability)을 가지고 측정되어야 하며, 측정 결과는 제품의 설계 및 성능 예측에 활용될 수 있어야 한다. 같은 재료라 하더라도 박막은 거대 구조물과는 제작 공정이 상이하며, 결정립 크기와 유사한 두께로 인하여 기계적 물성이 현저히 다르므로, 실제 공정 및 제품에 사용되는 구조물의 크기와 같은 크기를 가지는 시편을 제조하여 그 물성을 측정할 필요가 있다. 반도체 공정 및 MEMS 구조물에 쓰이는 박막의 물성은 기존의 거대 구조물의 물성 측정 방법으로는 측정할 수 없는 경우

가 대부분이다⁽¹⁾. 박막의 물성 측정은 그 물성의 활용뿐만 아니라 그 측정 방법만으로도 기술적인 가치를 인정 받고 있다. 본 논문에서 다루고 있는 박막의 기계적 물성은 반도체 공정 및 MEMS 기술을 적용한 제품의 설계 및 해석을 위한 기본 자료가 될 뿐만 아니라 신뢰성 문제와 깊은 연관이 있으며, 부품이 기계적인 운동을 포함할 때에는 더욱 중요한 역할을 하게 된다.

박막의 기계적 물성을 측정하는 방법에는 나노 압입 시험, 띠 굽힘 시험 등과 같이 간접적으로 탄성계수를 측정하는 방법들이 개발되어 사용되고 있다⁽²⁻³⁾. 이와 달리 인장 시험은 새로운 소재나 새로운 시험 방법이 개발되었을 때 소재의 기계적 물성 및 시험 방법의 타당성을 검증하기 위하여 시행되는 가장 기본적인 시험 방법이다. 시편의 시험 영역(test section)에 균일한 응력과 변형률을 가할 수 있는 장점이 있어서 재료의 구성 방정식(constitutive equation)을 결정하는 데에 필요한 응력-변형률 곡선을 직접적으로 얻을 수 있다.

† 회원, 한국기계연구원

E-mail : swan@kimm.re.kr

TEL : (042)868-7426 FAX : (042)868-7884

* 한국기계연구원

나노 인장 시험에서는 변위 측정 기술, 하중 측정 기술, 시편 정렬 (alignment) 기술, 시편 고정 (gripping) 기술 등 몇 가지 기본적인 기술이 요구된다. 하중 측정으로는 미소한 용량을 가지는 하중계 (load cell)을 이용한 방법이 널리 사용되고 있으며, 나노 인장 시험에서는 AFM cantilever의 변형을 측정하여 시편에 가해진 하중을 결정하는 방법을 사용하기도 한다. 변위 또는 변형률 측정 기술은 나노 인장 시험 기술 중 가장 어려운 부분 중 하나이다. 시편의 크기가 작기 때문에 거대 재료 (bulk material)에서 많이 사용되는 스트레인 게이지 (strain gage) 방법을 적용할 수 없고 비접촉식 변위/변형률 측정 방법을 적용해야 한다. 현재 나노 인장 시험에서 많이 사용되는 방법은 ISDG (Interferometric Strain/Displacement Gage)이며⁽⁴⁾, 이외에도 ESPI (Electronic Speckle Pattern Interferometry), DIC (Digital Image Correlation), E-beam Moire, 마이크로 버니어 등의 방법이 이용되고 있다.

본 논문에서는 비접촉식 변위/변형률 측정 방법으로 인장 시편에 일정거리 떨어져 형성된 두 개의 특정 마커(marker) 또는 표면 무늬를 microscope를 이용하여 이미지를 확대하고, CCD 카메라를 사용하여 두 이미지 사이의 거리를 실시간으로 추적하여 변위를 측정할 수 있는 real-time DIC 시스템⁽⁵⁾을 사용하여 단결정 실리콘의 기계적 물성을 측정하였다. 이 시스템은 두 대의 CCD 카메라를 사용하여 시편의 인장 방향 변위와 인장방향에 수직인 방향의 변위를 각각의 카메라가 동시에 측정할 수 있어서, 측정된 데이터로부터 탄성계수와 푸아송 비 (Poisson's ratio)를 계산하였다.

2. 실험 방법

2.1 실험 장치

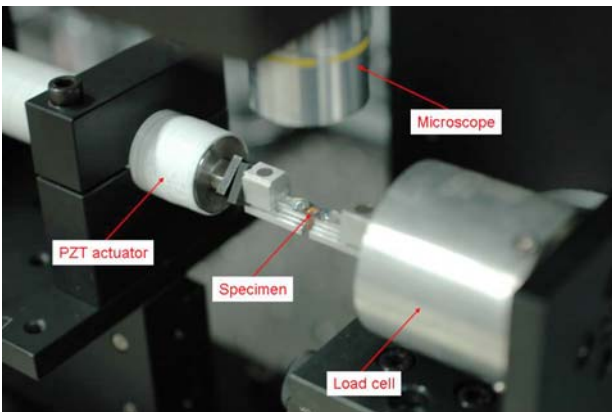


Fig. 1 A photograph of the micro-tensile testing system

그림 1은 시험에 사용된 미소인장 시험기를 보여 준다. 시편은 이 미소인장시험기의 압전 (piezo-electric) 구동기와 10 N 용량의 하중계(load cell) 사이에 위치하며, 시험기의 그립(grip)과 핀-홀(pin-hole)을 이용하여 결합한 후 자외선 경화성 접착제로 고정하였다. 그 후에 시편의 장착 및 정렬 동안에 금 박막 시편의 자유지지부를 보호하기 위해 설치된 실리콘 보를 다이아몬드 회전 톱을 사용하여 절단하였다.

2.2 시편의 제작

그림 2에 보여주는 두께 2.8 μm 를 갖는 단결정 실리콘 박막 시편을 그림 3과 같은 절차를 통해서 제작되었다. (100) 방향으로 성장시킨 SOI (Single crystal silicon On Insulator) 웨이퍼를 가지고 DRIE (Deep Reactive Ion Etching) 방법을 사용하여 시편 형상으로 패터닝을 한 후, 그 위에 0.3 μm 두께의 금 박막층을 스퍼터링 방식으로 증착하였다. 이 금 박막 층은 DIC 방법에 의한 변형률 측정을 위한 마커와 전기적 물성을 측정하기 위한 도선과 패드 (pad)로 사용하기 위하여 lift-off 방식으로 패터닝 하였다. 그 후에 시편의 뒷면을 DRIE 공정으로 식각하여 자유지지 시편을 형성하였다.

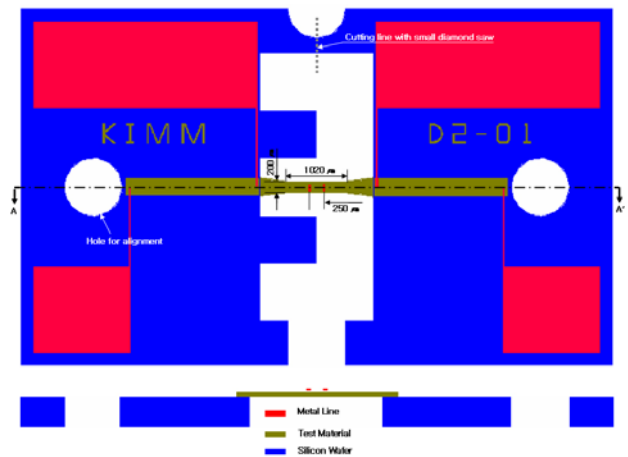


Fig. 2 Structure and dimensions of specimen

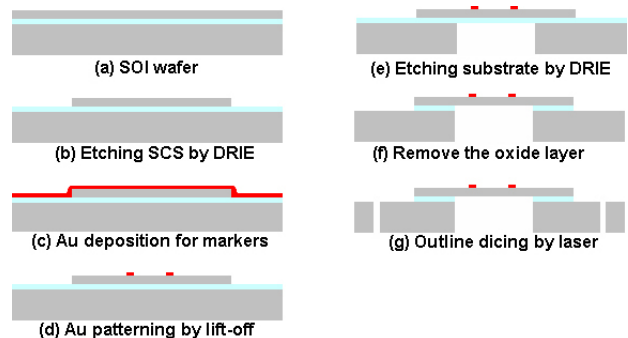


Fig. 3 Fabrication process for making specimen

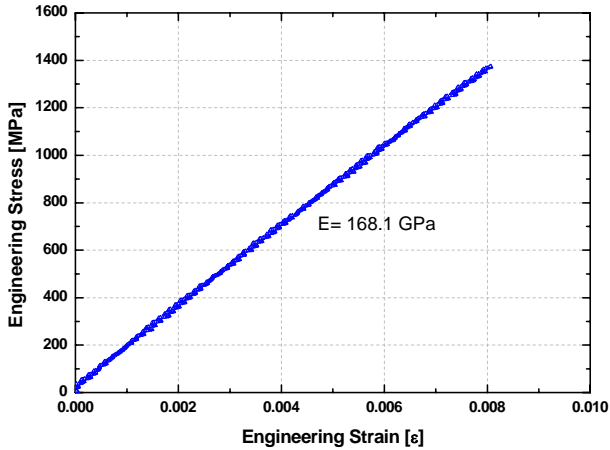


Fig. 4 Tensile stress-strain curve of the SCS specimen

단결정 실리콘 박막의 밑면에 남아있는 SiO_2 층은 불산(HF acid)으로 제거 하였으며, YAG laser를 사용하여 웨이퍼를 절단하여 개별 시편으로 만들었다.

이와 같은 공정으로 만들어진 두께 $2.8 \mu\text{m}$, 폭 $200 \mu\text{m}$ 그리고 자유지부(freestanding) 길이 1.96 mm 인 단결정 실리콘 박막 시편의 형상과 치수를 그림 2에 나타내었다.

3. 실험 결과 및 고찰

3.1 인장 실험 결과

Real-time DIC 방식의 변위 측정 방법이 사용된 미소인장시험기를 사용하여 두께 약 $2.8 \mu\text{m}$ 의 단결정 실리콘 시편을 $\langle 110 \rangle$ 방향으로 인장하여 그림 4와 같은 응력-변형률 선도를 구하였다. 반복 실험을 수행하여 구한 단결정 실리콘 박막의 탄성계수는 $167.2 \pm 0.88 \text{ GPa}$ 이었고, 최대인장강도는 $1383 \pm 44.6 \text{ MPa}$ 이었다. 응력-변형률 선도에서 보듯이 단결정 실리콘 박막은 파단 시까지 항복점이 나타나지 않았고, 이 때의 연신율도 $0.82 \pm 0.033 \%$ 로 매우 작아서 취성 재료의 특성을 보여 주었다. 또한 본 연구에서 구한 탄성계수는 표 1에 나타낸 다른 연구자들의 실험 및 수학적 계산 결과와 유사한 결과를 나타내었다.

Table 1. Young's modulus of SCS [GPa]

Direction	$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 111 \rangle$
Brantley ⁽⁶⁾	130.2	168.9	187.5
Sato et al. ⁽⁷⁾	125	147	180
Namaz et al. ⁽⁸⁾	-	169.0	-
This work	-	167.2	-

3.2 푸아송비 측정 결과

본 연구에서는 단결정 실리콘의 푸아송비를 측정하기 위하여 두께 $2.8 \mu\text{m}$, 폭 $500 \mu\text{m}$ 그리고 자유지부 길이가 3.0 mm 인 단결정 실리콘 시편을 사용하였다. 그림 5(a)는 인장 방향으로 표점 거리가 약 $250 \mu\text{m}$ 떨어진 DIC 템플릿이고, 그림 5(b)는 인장방향에 수직인 방향으로의 DIC 템플릿인데 이때의 표점 거리는 약 $126 \mu\text{m}$ 였다. 인장 방향에 비하여 인장에 수직인 방향의 표점 거리가 짧은 이유는 인장 시 시편 폭 방향의 끝 단에서 휘어짐 또는 에지 효과(edge effect)가 발생하여

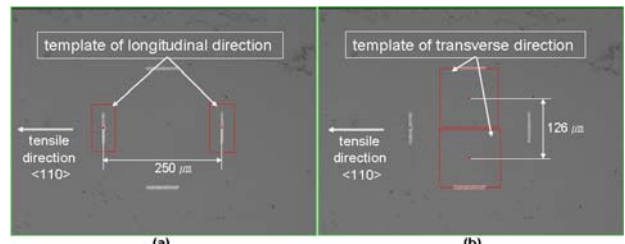


Fig. 5 DIC templates at longitudinal direction (a) and transverse direction (b)

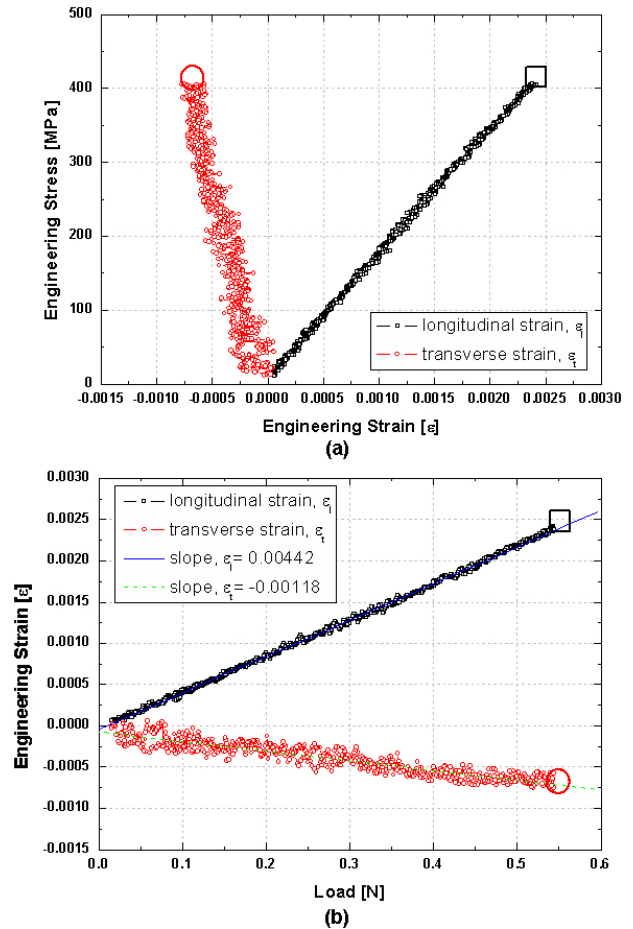


Fig. 6 Stress and biaxial strain for SCS (a) and (a) and strain versus load for determination of Poisson's ratio (b)

정확한 푸아송 비를 구할 수 없기 때문이다. 인장 시 각각의 템플릿을 동시에 추적하여 기울기 (slope)를 구하고, 이것을 식 (1)에 대입하여 푸아송 비를 구하면 약 0.267 의 값을 얻을 수 있었다. 이 값은 (100) 단결정 실리콘을 <110> 방향으로 인장하여 구한 다른 연구자들의 실험 값인 0.22~0.28 과 유사하였다^(6,8).

$$\nu = \frac{d\varepsilon_t/dP}{d\varepsilon_l/dP} \quad (1)$$

4. 결 론

본 논문에서는 MEMS 제품에 많이 사용되는 단결정 실리콘 박막의 기계적 물성을 미소인장시험 법으로 측정하였다. 이 때 변형률은 real-time DIC 방법을 사용하여 재료의 탄성계수와 푸아송 비를 동시에 측정하였다. 단결정 실리콘 박막은 전형적인 취성 재료의 특성을 보여주었으며, 본 연구에서 구한 약 167 GPa 의 탄성계수는 문헌 값 과 잘 일치하였다. 그러므로 본 연구에 사용된 단결정 실리콘 박막 인장 시편은 다른 인장 시험기의 교정 및 정확도 측정에 사용될 수 있을 것으로 기대된다.

푸아송 비의 정확도는 폭 방향 변형률의 측정 정확도에 의해 제한을 받는데, 보통 인장 방향보다 폭 방향 변형률의 측정 오차가 더 크다. 이것은 변형률 측정기의 분해능과 밀접한 연관이 있는데, 본 연구에서 사용한 real-time DIC 측정기의 변위 분해능은 약 50 nm였다⁽⁶⁾. 또한 박막의 정확한 푸아송 비를 측정하기 위해서는 폭 방향에서의 휘어짐 또는 에지 효과가 발생하지 않는 영역에서 측정하는 것이 바람직한데 이것에 대해서는 추가 연구가 필요하다.

후 기

본 연구는 21 세기 프론티어 연구개발사업인 나노메카트로닉스 기술개발사업단의 연구비 지원 (08K1401-00610)에 의해 수행되었습니다.

참고문헌

(1) Yu, M. F., Lourie, O., Dyer, M. J., Moloni, K., Kelly, T. F., and Ruoff, R. S., 2000, "Strength and Breaking Mechanism of Multi-walled Carbon Nanotubes under

Tensile Load," *Science*, Vol. 287, pp. 637-640.
 (2) Oliver, W. C., and Pharr, G. M., 1992, "An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments," *Journal of Materials Research*, Vol. 7, pp. 1564-1583.
 (3) Kim, J. H., Lee, H. J., Han, S. W., Kim, J. M., and Baek, C. W., 2006, "Residual Stress Evaluation of thin Film Using Strip Bending Test," *Key Engineering Materials*, Vol. 321-323, pp. 121-124.
 (4) Sharpe, W. N., Turner, K. T. and Edwards, R. L., 1999, "Tensile Testing of Poly-silicon," *Experimental Mechanics*, Vol. 39, pp. 161-169.
 (5) Lee, S. J., Hyun, S., Han, S. W., Lee, H. J. Kim, J. H. and Kim, Y. I., 2007, "A Study of Mechanical Behavior of Au Films by Visual Image Tracing System," *Advanced Materials Research*, Vol. 26-28, pp. 1117~1120.
 (6) Bantley W. A., 1973, "Calculated elastic constants for stress problems associated with semiconductor devices," *Journal of Applied Physics*, Vol. 44, pp. 534-535.
 (7) Nakao S., Ando T., Shikida M. and Sato K., 2006, "Mechanical Properties of a micron-sized SCS film in a high-temperature environment," *Journal of Micro-mechanics and Microengineering*, Vol. 16, pp. 715-720.
 (8) Namazu T. and Inoue S., 2006, "Characterization of Single Crystal Silicon and Electroplated Nickel Films by Uniaxial tensile Test with in situ X-Ray Diffraction Measurement", *Fatigue Frac Engng Mater Struct*, Vol. 30, pp. 13-20