

〈논 문〉

블리스터시험법을 이용한 열증착 금박막의 기계적 성질 측정

문호정* · 함순식* · 엄윤용** · 조영호**

(1995년 6월 17일 접수)

Measurement of Mechanical Properties of a Thermally Evaporated Gold Film Using Blister Test

Ho Jeong Moon, Soon-Sik Ham, Youn Young Earmme and Young-Ho Cho

Key Words : Blister Test (블리스터시험법), Evaporated Gold Film (열증착 금박막), Residual Stress (잔류응력), Young's Modulus (영계수), Rupture Strength (파단강도), Electropolishing Process (전기연마 가공법)

Abstract

Mechanical properties, including Young's modulus, residual stress and rupture strength, of a thermally evaporated gold film have been measured from a blister test. In a theoretical study, the principle of minimum potential energy and that of virtual work have been applied to the pressurized circular membrane problem, and load-deflection relations have been derived for typical membrane deflection mode of spheroidal shape. In an experimental study, circular gold membranes of 4800 Å-thickness and 3.5mm diameter were fabricated by the silicon electropolishing technique. Mechanical properties of the thin gold films were deduced from the load-deflection curves obtained by the blister test. Young's moduli, obtained from blister test, have been in the range of 45~70 GPa, while those of bulk gold have been in the range of 78~80 GPa. Residual stresses in the evaporated gold films have been measured as 28~110 MPa in tension. The rupture strength of the gold film has turned out to be almost equal to that of dental gold alloy (310~380 MPa). It has been demonstrated that the present specimen fabrication method and blister test apparatus have been effective for simultaneous measurement of Young's modulus, residual stress and rupture strength of thin solid films. Especially, the electropolishing technique employed here has provided a simple and practical way to fabricate thin membranes in a circular or an arbitrary shape, which could not be obtained by the conventional anisotropic silicon micromachining technique.

1. 서 론

최근 마이크로머신 분야에서 가속도계나 압력센서와 같은 미소 구조물들이 반도체 제조기술과 실

리콘 기판 가공기술들을 응용하여 제작되고 있으며, 미소 구조물의 기계요소 크기가 작아짐에 따라 재료의 거시적 성질(bulk property)보다 미시적 표면성질(thin film or surface property)의 중요성이 강조되고 있다. 더욱이 박막재료의 기계적 성질(mechanical properties)은 동일한 성분의 재료라 하더라도 박막의 두께, 입자크기, 전위밀도, 조직

*한국과학기술원 기계공학과

**회원, 한국과학기술원 기계공학과

등에 따라 달라지므로, 미소 구조물의 해석이나 설계를 위해서는 박막재료의 기계적 성질에 관한 측정과 이해가 필수적이다. 본 논문에서는 전기연마 공정(electropolishing process)을 이용하여 박막금속재료의 기계적 성질 측정을 위한 원형 멤브레인 구조의 미소시편 제작방법을 제시하였고, 블리스터 시험법을 이용하여 열증착 금박막의 영계수, 잔류응력 및 파단강도를 측정하였다. 블리스터시험법은 공압(pneumatic pressure)을 이용하여 멤브레인 구조의 시편을 변형시켜 하중-변위곡선을 측정한다. 이후부터 원하는 기계적 성질을 계산하는 방법을 말한다. 박막재료의 기계적 성질을 측정하는 방법 중 블리스터시험법 이외의 것으로는 다음과 같은 측정방법들이 있다. 잔류응력에 대해서는 모재의 곡률(curvature)을 측정하는 방법⁽¹⁾과 X선 회절(X-ray diffraction)을 이용하는 방법⁽²⁾등이 있으며, 기타 간단한 미소 구조물을 만들어 잔류응력에 의한 변형량을 측정하여 계산하는 방법⁽³⁾도 있다. 영계수를 측정하는 방법으로는 미소인덴터(microindenter)를 이용하여 측정하는 방법(indentation method),⁽⁴⁾ 미소보(microbeam)를 만들어 하중-변위곡선을 측정하여 계산하는 방법(microbeam deflection method),⁽⁴⁾ 그리고 미소보나 멤브레인 등을 만들어 공진주파수를 측정하여 계산하는 방법(resonance method)⁽⁵⁾등이 있으며, 특히 금박막(Au, 두께 0.87 μm)과 실리콘 산화막(SiO_2 , 두께 1.10 μm)에 대해서는 미소보를 만들어 하중-변위곡선을 측정하는 방법⁽⁴⁾으로 영계수가 구해진다. 박막재료에 있어서 파단강도(rupture strength)에 관한 연구는 거의 찾아 볼 수 없는 형편이다. 본 연구에서는 금박막을 원형 멤브레인 구조로 제작하여 실험중 파단이 일어나는 부분을 관찰하고, 그 부위에서의 파단직전 응력(stress)을 계산하여 파단강도를 얻었다.

앞서 기술한 방법들은 한 방법에 단지 한 가지 기계적 성질을 얻을 수 있는 반면에 원형 멤브레인을 시편으로 하는 블리스터시험법은 잔류응력과 영계수 뿐만 아니라 파단강도까지 잴 수 있으며, 정확도면에서도 다른 방법들에 비해 결코 뒤지지 않는 시험법이다. 그러나 멤브레인(membrane) 구조의 블리스터 시편을 제작하는 방법이 주로 KOH나 EDP 용액들을 사용하는 비등방성 실리콘 식각법(anisotropic etching of silicon)을 이용하므로 그 소재가 식각액에 견딜 수 있는 것으로 극히 제한되

어 있었고, 비등방성이라는 식각액의 특성때문에 정교한 원형 경계를 가지는 멤브레인의 제작이 사실상 불가능해 주로 사각형 멤브레인(square membrane)만을 만들 수 있었을 뿐이다.

본 연구에서는 전기연마공정⁽⁶⁾이라는 전기화학적 식각법(electrochemical etching)을 이용하여 정교한 원형 멤브레인을 제작함으로써 잔류응력과 영계수 뿐만 아니라 파단강도 등 세 가지 재료물성치를 동시에 측정할 수 있었다.

2. 원형 멤브레인의 변형 및 파단강도 해석

공압을 이용하여 Fig. 1과 같은 멤브레인을 변형시킬 경우, 멤브레인의 하중-변위관계는 해석적인 방법⁽⁷⁾ 또는 수치적인 방법^(8,9,10)등을 이용하여 구할 수 있다. 그러나, 기존의 해석적인 방법은 원형 멤브레인의 거동이 얇은 벽을 가진 구형 압력용기에서 걸리는 Hoop 응력과 변형률 관계를 따른다는 가정에서 출발하는데, 이는 멤브레인 전체의 응력과 변형률분포가 모두 일정한 값을 갖게 되고, 이와 같은 변형률상태에서 얻어지는 변위는 기하학적 일치성이 만족되지 않음을 보일 수 있다(부록 참조). 따라서, 본 논문에서는 이와 같은 문제점을 극복하고, 보다 정확하고 합리적인 해석해를 다음과 같이 유도하였다.

본 연구에서는 하중에 의해 변형된 멤브레인의 형상을 구면(spheroid)으로 가정하고, 최소 포텐셜 에너지의 원리(principle of minimum potential energy)와 가상일의 원리(principle of virtual

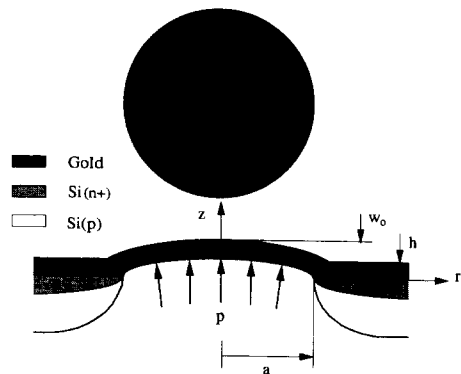


Fig. 1 A circular gold membrane deflected by applied pressure

work)를 이용하여 해석해를 구하였다⁽¹¹⁾.

본 논문에서는 멤브레인이 Fig. 1과 같이 변형하는 경우, 잔류응력(σ_0)이 r 방향으로 균일하게 분포하고, 멤브레인의 z 방향으로 일정한 압력(p)이 작용하는 문제로 모델링하였으며, 이때 멤브레인의 z 방향 변형(w)은 멤브레인 두께(h)에 비해 크므로, 대변형(large deformation)을 고려한 그린 변형률텐서(Green strain tensor)를 사용하였다. Fig. 1과 같은 원형 멤브레인 문제에서 기본적인 경계조건(boundary condition)들은 다음과 같다.

● $r=0$ 에서

$$\frac{dw}{dr} = u = 0 \quad (\text{변위경계조건}) \quad (1a)$$

$$\frac{d^3w}{dr^3} = 0 \quad (\text{하중경계조건}) \quad (1b)$$

● $r=a$ 에서

$$w = u = 0 \quad (\text{변위경계조건}) \quad (1c)$$

$$\frac{d^2w}{dr^2} = 0 \quad (\text{하중경계조건}) \quad (1d)$$

여기서, u 와 w 는 각각 r 방향과 z 방향의 변위를 나타내며, a 는 원형 멤브레인의 반경을 의미한다. 이때 r 방향과 접선방향의 하중(단위길이당), N_r 과 N_t 는 Hooke의 법칙으로부터 다음과 같은 관계가 있음을 알 수 있다.

$$N_r = \frac{Eh}{1-\nu^2}(\epsilon_r + \nu\epsilon_t) + \sigma_0 h \quad (2a)$$

$$N_t = \frac{Eh}{1-\nu^2}(\epsilon_t + \nu\epsilon_r) + \sigma_0 h \quad (2b)$$

여기서, σ_0 는 잔류응력, h 는 멤브레인의 두께, E 와 ν 는 각각 영계수(Young's modulus)와 푸아송의 비(Poisson's ratio)를 나타낸다. 또한 대변형(large deformation)을 고려한 변형률과 변위의 관계는 다음과 같다.

$$\epsilon_r = \frac{du}{dr} + \frac{1}{2}\left(\frac{dw}{dr}\right)^2 \quad (3a)$$

$$\epsilon_t = \frac{u}{r} \quad (3b)$$

여기서, ϵ_r 과 ϵ_t 는 r 방향과 접선방향으로의 수직 변형률(normal strain)을 각각 의미한다. 전체 변형률 에너지(U_{tot})는 다음 식 (4a), (4b), (4c)와 같이 굽힘모멘트(bending moment)에 의한 항(U_b)과 인장(stretching)에 의한 항(U_s)의 합으로 표현된다.

$$U_{tot} = U_b + U_s \quad (4a)$$

$$U_b = \frac{\pi E h^3}{12(1-\nu^2)} \int_0^a \left\{ \left(\frac{\partial^2 w}{\partial r^2} \right)^2 + \frac{1}{r^2} \left(\frac{\partial w}{\partial r} \right)^2 + \frac{2\nu}{r} \left(\frac{\partial w}{\partial r} \right) \left(\frac{\partial^2 w}{\partial r^2} \right) \right\} r \, dr \quad (4b)$$

$$U_s = \frac{\pi E h}{1-\nu^2} \int_0^a (\epsilon_r^2 + \epsilon_t^2 + 2\nu\epsilon_r\epsilon_t) r \, dr + 2\pi\sigma_0 h \int_0^a (\epsilon_r + \epsilon_t) r \, dr \quad (4c)$$

2.1 원형 멤브레인의 변형해석

일정한 압력을 받고 있는 멤브레인의 변형된 모습을 다음과 같이 구(spheroid)의 일부로 가정하도록 하자. 실제로 박막의 두께가 매우 얇고 강성이 매우 낮은 재료일수록 이와 같이 가정하는 것이 타당하다.

$$w = w_0 - \rho + \sqrt{\rho^2 - r^2} \quad (5a)$$

$$\rho = \frac{a^2 + w_0^2}{2w_0} \quad (5b)$$

$$u = \frac{w_0^2}{a^4} r(a-r)(aC_1 + C_2 r) \quad (5c)$$

이때, a 는 멤브레인의 반경이고, w_0 는 멤브레인의 최대 변형량(deflection)이며 ρ 는 변형된 멤브레인의 곡률반경(radius of curvature)을 의미하고, C_1 과 C_2 는 임의의 상수이다. $\rho \gg a$ 인 경우 식 (5a), (5b)는 식 (6)과 같이 간단히 표현된다.

$$w \approx w_0 \left(1 - \frac{r^2}{a^2} \right) \quad (6)$$

식 (6)은 식 (1a), (1b) 및 (1c)에서 주어진 경계조건들을 만족시키지만, 하중경계조건인 식 (1d)만은 만족하지 못하고 있다. 따라서, 식 (6)의 가정으로부터 얻어지는 해(solution)는 운동학적 허용 변위장(kinematically admissible displacement field)에 속하지만 정역학적 허용 응력장(statically admissible stress field)에는 포함되지 않으므로, 절대 엄밀해(exact solution)가 될 수 없고, 어느 정도의 오차를 수반하는 근사해(approximation solution)가 됨을 알 수 있다. 식(5c)의 상수 C_1 과 C_2 는 최소 포텐셜에너지 원리(principle of minimum potential energy)에 의하여 $\frac{\partial U_s}{\partial C_1} = 0$ 과 $\frac{\partial U_s}{\partial C_2} = 0$ 이 만족되는 값으로 결정되며, 그 결과는 다음과 같다.

$$C_1 = C_2 = \frac{3-\nu}{4} \quad (7)$$

식 (5c), (6)과 식 (7)을 식 (4)에 대입하여 전체 변형률에너지(total strain energy, U_{tot})를 구하면,

$$U_{tot} = \pi w_0^2 h \left\{ \sigma_0 + \frac{E}{3(1-\nu)} \left(\frac{h}{a} \right)^2 + \frac{(7-\nu)E}{24(1-\nu)} \left(\frac{w_0}{a} \right)^2 \right\} \quad (8)$$

이고, 아래와 같이 가상일의 원리를 적용하면,

$$\begin{aligned} \frac{\partial U_{tot}}{\partial w_0} \delta w_0 &= 2\pi \int_0^a p r \delta w dr \\ &= 2\pi p \delta w_0 \int_0^a \left(1 - \frac{r^2}{a^2} \right) r dr \\ &= \frac{\pi}{2} p a^2 \delta w_0 \end{aligned} \quad (9)$$

이 된다. 여기서, p 는 외부에서 가해주는 압력, a 는 멤브레인의 반경이고, w_0 는 멤브레인의 최대변위(deflection)이다. 식 (8)을 식 (9)에 대입하여 정리하면 다음과 같은 하중-변위 관계식을 얻을 수 있다.

$$\frac{p a^2}{w_0 h} = 4\sigma_0 + \frac{4}{3} \frac{E}{1-\nu} \left(\frac{h}{a} \right)^2 + \frac{(7-\nu)E}{3(1-\nu)} \left(\frac{w_0}{a} \right)^2 \quad (10)$$

식 (10) 우변의 첫번째 항은 잔류응력의 효과를 나타내며, 두번째 항은 굽힘모멘트에 의한 효과를, 세번째 항은 인장에 의한 효과를 각각 의미하고, 일반적으로 멤브레인의 문제에 있어서 두번째 항인 굽힘모멘트에 의한 효과는 무시될 정도로 작다. 결과 식 (10)은 대변형(large deformation)을 고려한 평판이론(plate theory)⁽¹¹⁾을 사용하여 기존의 해석 결과⁽⁷⁾보다 훨씬 정확하고 엄밀하지만, 멤브레인의 구면변형이라는 가정이 근본적으로 원형경계에서 생기는 가장자리효과(edge effect)를 제대로 고려하지 못하기 때문에 실제 멤브레인의 거동과는 약간 차이가 있을 것으로 생각된다. 아래와 같이 주어지는 기존의 해석해,⁽⁷⁾ 식 (11)은 원형 멤브레인이 구형 압력용기의 거동과 동일하다는 가정으로부터 출발하는데, 부록에서 보인 바와 같이 이 가정은 반경방향의 변위 u 의 기하학적 불일치를 초래하게 된다.

$$\frac{p a^2}{w_0 h} = 4\sigma_0 + \frac{8}{3} \frac{E}{1-\nu} \left(\frac{w_0}{a} \right)^2 \quad (11)$$

지금까지 여러 연구자들⁽⁸⁻¹⁰⁾이 2차원 또는 3차원 FEM 해석을 통해 식 (11)의 부정확성을 지적하였고, FEM 해석결과와 근사하도록 식 (11)의

계수들을 수정하여 다음과 같은 하중-변위관계식들을 도출하였다.

$$\frac{p a^2}{w_0 h} = 4\sigma_0 + \frac{8}{3(1.026+0.233\nu)} \frac{E}{1-\nu} \left(\frac{w_0}{a} \right)^2 \quad (12)$$

$$\begin{aligned} \frac{p a^2}{w_0 h} &= 4\sigma_0 + \frac{8}{3} [1 - 0.24\nu - 0.00027(1-\nu)\sigma_0] \\ &\quad \times \frac{E}{1-\nu} \left(\frac{w_0}{a} \right)^2 \end{aligned} \quad (13)$$

식 (12)는 Lin과 Senturia⁽⁹⁾의 결과로서, 11.4 μm 두께의 폴리머박막(polymer thin film)에 대한 FEM 결과식이며, 식 (13)은 Small 등⁽¹⁰⁾이 알루미늄($E=71 \text{ GPa}$, $\nu=0.345$) 박막에 관해 축대칭 셸 요소(shell element)를 사용하여 얻어진 수치결과이다. 이와 같은 FEM 결과식들은 멤브레인의 크기, 두께 및 재료특성에 따라 다소 차이가 있으므로 그 적용에 신중을 기해야 한다.

2.2 원형 멤브레인의 파단강도

금박막의 파단강도 계산은 실제 파단되는 부위의 파단직전 응력값으로 정의되며, 실험관측 결과 모든 시편이 멤브레인의 가장자리에서 파단되므로, 파단직전 멤브레인 가장자리에서의 응력값이 바로 파단강도(rupture strength)가 된다. 정확한 응력 해석을 위해서는 2개의 von Karman 비선형 방정식을 연립하여 해석해야 하지만, 본 논문에서는 앞 절의 식 (5c)와 식 (6)과 같이 가정된 변위 u, w 로부터 변형률분포를 구한후, Hooke의 법칙으로부터 응력분포를 계산하였다.

이와 같이 계산된 변형률분포는

$$\epsilon_r = \frac{1}{4} \left(\frac{w_0}{a} \right)^2 \left\{ 3 - \nu - (1 - 3\nu) \frac{r^2}{a^2} \right\} \quad (14a)$$

$$\epsilon_t = \frac{3 - \nu}{4} \left(\frac{w_0}{a} \right)^2 \left\{ 1 - \frac{r^2}{a^2} \right\} \quad (14b)$$

로 주어지고, 응력분포는 아래와 같이 얻어진다.

$$\sigma_r = \sigma_0 + \frac{E}{4(1-\nu)} \left(\frac{w_0}{a} \right)^2 \left\{ 3 - \nu - (1 - \nu) \frac{r^2}{a^2} \right\} \quad (15a)$$

$$\sigma_t = \sigma_0 + \frac{E}{4(1-\nu)} \left(\frac{w_0}{a} \right)^2 \left\{ 3 - \nu - 3(1 - \nu) \frac{r^2}{a^2} \right\} \quad (15b)$$

따라서, 파단강도, σ_r 는 $r=a$ 에서 파단직전의 응력값으로, 다음과 같이 주어진다.

$$\sigma_r = \sigma_r|_{r=a} = \sigma_0 + \frac{E}{2(1-\nu)} \left(\frac{w_0}{a} \right)^2 \quad (16)$$

Table 1 Mechanical properties measured from thermally evaporated gold-membranes of circular shape

| Properties ⁺ | Employed equation | Specimen (1) | Specimen (2) | Specimen (3) |
|-----------------------------|--------------------|--------------|--------------|--------------|
| Young's modulus [GPa]* | Eqn.(10) | 48.7 | 56.0 | 70.7 |
| | Eqn.(11) | 40.0 | 46.0 | 58.2 |
| | Eqn.(12) | 45.0 | 51.7 | 65.4 |
| | Eqn.(13) | 44.8 | 52.2 | 65.0 |
| Residual stress [MPa]** | Eqns. (10)~(13) | 36.5 | 109.5 | 28.0 |
| Rupture strength [MPa]** | Eqn.(16) | 236 | 332 | 306 |
| | Eqn.(17) | 239 | 317 | 312 |

⁺ $\nu=0.42$ is assumed.

* Measured with $\pm 16\%$ error bounds.

** Measured with $\pm 7\%$ error bounds.

위와 같은 방법 이외에도 변형된 멤브레인의 형상이 구면이라는 가정으로부터 간단한 정역학적 문제로 모델링하여 파단강도(σ_f)와 최대압력(p_f), 최대변위(w_o) 사이의 관계식을 아래와 같이 유도할 수 있다.

$$\sigma_f = \frac{1}{4} p_f \left(\frac{w_o}{h} \right) \left[1 - \left(\frac{a}{w_o} \right)^2 \right] \approx \frac{1}{4} \frac{p_f a^2}{w_o h}, \quad (a \gg w_o) \quad (17)$$

Table 1의 실험결과를 통해서 식 (16)과 식 (17)로부터 얻어진 파단강도치들이 서로 거의 유사함을 알 수 있다.

3. 시편의 설계 및 제작

본 연구에서는 박막의 기계적 성질을 블리스터 시험에 의해 측정하므로 시편의 구조는 반드시 멤브레인이 되어야 하고, 시편의 형상은 영계수나 잔류응력의 측정 뿐만 아니라 파단강도의 측정을 위해 Fig. 1과 같은 원형 멤브레인이 요구된다. 마이크로시닝 공정을 이용하는 경우 블리스터 시험용 금속박막시편을 제작하기 위해 먼저 실리콘 기판 위에 금속박막을 증착한후 실리콘 기판의 일부를 식각제거함으로써 금속박막 시편을 얻을 수 있다. 그런데, KOH나 EDP용액을 사용하는 비등방성

실리콘 식각법(anisotropic silicon etching)으로는 멤브레인의 가장자리가 정확한 원형이 되도록 제조하기가 매우 어려운 관계로 원하는 블리스터 금속박막 시편을 얻기 힘들다. 본 논문에서는 전기연마 공정이라는 전기화학적 식각법(electrochemical etching)을 이용함으로써 멤브레인의 경계가 완전한 원형인 금속박막 시편을 제조할 수 있었다. 전

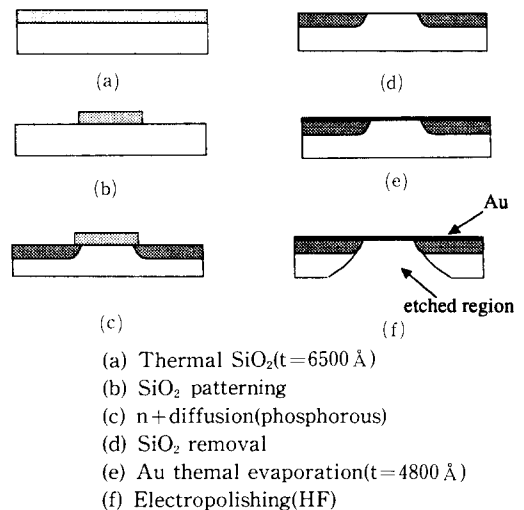


Fig. 2 Fabrication process for a circular gold membrane

기연마 공정에서는 HF 용액을 식각액으로 사용하였으며, 실리콘 기판(silicon wafer) 상에 식각될 부분을 제외한 나머지 부분을 식각방지층(n⁺-silicon layer)으로 만든 후 많은 전류를 흘려줌으로써 식각될 부분에 높은 전류밀도(current density)를 형성시켜 실리콘이 상당히 빠른 속도(전류밀도가 0.1 A/mm² 일때 식각속도는 약 2~2.5 μm/sec 정도)로 식각되도록 하였다. 본 논문에서는 변형 측정의 용이성을 고려하여 블리스터시험법을 위한 열증착 금박막 시편을 설계하였으며, 멤브레인의 반경 a는 1.75 mm, 금의 두께는 4800 Å으로 각각 설계, 제작하였다.

전체적인 시편 제조 공정순서도는 Fig. 2에 도시되었고, 각 공정의 내용은 다음과 같다.

첫째, 식각 마스크용 산화막 제작

습식산화법(wet oxidation)을 이용하여 p형 4인치 실리콘 기판에 두께 6500 Å 정도의 실리콘 산화막(oxide layer)을 형성시켰다.

둘째, 산화막 패턴닝

다음 공정인 인(phosphorous)의 침투확산층(diffusion layer)을 선택적으로 만들기 위해서 양성감광제(positive photo-resistive)를 원형으로 패턴닝(patterning) 하였으며, BOE (Buffered Oxide Etchant) 용액을 사용하여 산화막(oxide layer)을 식각하였다.

셋째, 인 침투확산층 제작

970°C에서 30분간 인(phosphorous)을 침투확산시켜 식각방지층을 만들었으며, 이 부분을 제외한 나머지 부분의 실리콘이 식각되게 된다.

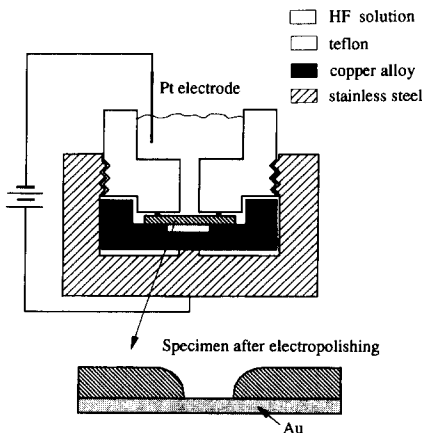


Fig. 3 Electropolishing apparatus

넷째, 산화막 및 인 유리층 제거

HF 용액에서 산화막(oxide layer) 및 인 유리층(phosphorous glass layer)을 제거하였다.

다섯째, 금박막증착

순도 99.9%의 금을 열증착하여 두께 4800 Å 정도의 금박막을 형성시켰다.

여섯째, 전지연마

Fig. 3과 같이 금박막을 양극으로, 실리콘 모재의 뒷면과 맞닿고 있는 HF 용액을 음극으로 하여 전류를 흘려줌으로써 전류밀도가 높은 부분의 실리콘 식각을 촉진시켰으며, 다음과 같이 두 가지 용액을 순차적으로 사용하여 원형의 금 멤브레인 시편을 제작하였다.

- 1단계 (Solution A ~ HF : H₂O = 1 : 2)

전류 1A 정도를 10초 간격으로 25~27 회 정도 흘려준다.

- 2단계 (Solution B ~ HF : HNO₃ : H₂O = 1 : 1 : 1)

전류 100 mA 정도를 10초 간격으로 11~25회 정도 흘려준다.

금은 원래 HF 용액에 식각되지 않는 재료이나 높은 전류밀도에서는 금도 실리콘과 마찬가지로 식각이 되기 때문에 소위 다공질(porous) 실리콘 제조공정인 2단계 공정을 넣어 안전하게 금 멤브레인(gold membrane)을 얻을 수 있도록 하였다. 블리스터시험을 위한 시편은 반경 1.75 mm, 두께 4800 ± 30 Å 인 원형 금멤브레인으로 제작되었다.

4. 측정기기 구성 및 시험방법

금박막 물성측정을 위한 블리스터시험기(blister test system)는 Fig. 4와 같이 구성되었다. 시험장치의 구성은 시편지지대, 가압부, 압력감지부, 변위측정부등 크게 네부분으로 나눌 수 있는데, 가압

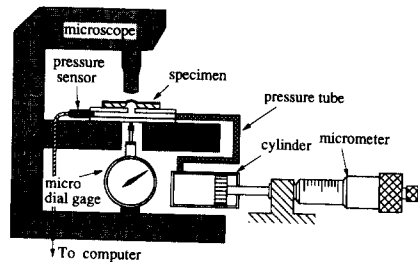


Fig. 4 A blister system

부는 소형실린더(또는 주사기)와 마이크로미터(micrometer) 등으로 구성되며, 압력감지부는 압력센서(용량 $2 \text{ kg}_f/\text{cm}^2$)와 컴퓨터(computer) 등으로 구성되었다. 사용된 압력센서는 일본의 교화(KYOWA) 전업에서 제작된 소형 압력센서(모델명: PGM-2KC)였으며, 이 센서는 온도 25°C , 습도 56% RH 분위기에서 0.23%의 비선형성(non-linearity)과 0.62%의 히스테리시스(hysteresis)라는 특성을 지닌다. 그리고, 변위 측정부는 현미경과 마이크로 다이얼 게이지(micro dial gage)로 이루어져 있고, 현미경 초점거리의 변화를 마이크로 다이얼게이지로 측정하였다. 즉, 가압에 의한 변형은 가압 전후의 시편중심 이동거리가 되며, 이는 현미경의 광축을 따라 고정되어 있는 마이크로 다이얼 게이지를 이용하여 측정할 수 있다. 이때 시편의 중심을 찾아 현미경의 초점을 멤브레인에 정확히 맞추는 과정이 실험자의 눈에 의존하게 되는데, 실험자가 초점이 맞았다고 판단할 수 있는 오차범위가 약 $2\sim 3 \mu\text{m}$ 정도로 이는 현미경의 배율 정도 및 깊이 분해능과 밀접한 관련이 있다. 그리고, 마이크로 다이얼게이지의 측정오차는 $\pm 0.5 \mu\text{m}$ 정도이므로 전체 측정오차는 약 $4 \mu\text{m}$ 정도로 추정된다.

전기연마 공정으로 제작한 직경 3.5 mm, 두께 $0.48 \mu\text{m}$ 인 원형 금 멤브레인 시편을 파라핀(paraffin)이나 에폭시(epoxy) 등을 이용하여 시편 지지대에 고정시킨 후 가압부의 마이크로미터를 서서히 움직이면서 압력과 변위를 각각 측정하였으며, 그 결과를 도시한 것이 Fig. 5 이고, 이로부터

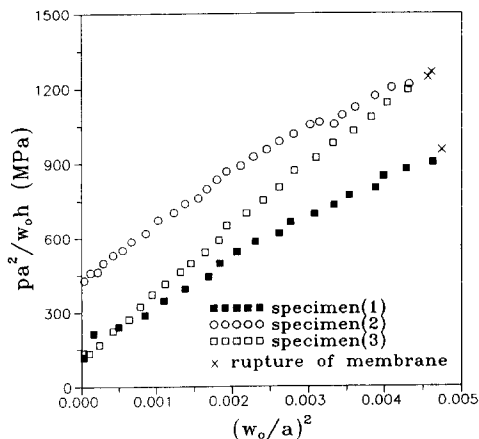


Fig. 5 Load-deflection curve for Au membranes

잔류응력, 영계수 및 파단강도 등을 구할 수 있다.

5. 물성시험 결과 및 고찰

동시에 제조된 3개의 열증착 금박막 시편을 블리스터 시험하여 얻어진 압력-변위 곡선(Fig. 5)으로부터 최소자승법(least square method)을 사용하여 직선의 기울기와 y 절편을 각각 구한 후, 식 (10) 으로부터 영계수와 잔류응력을 계산하였다. 이때 푸와송의 비는 순도 99.9% 금의 거시적 특성치 ($\nu = 0.42$)⁽⁴⁾로 가정하여 영계수를 계산하였으며, 잔류응력에 미치는 굽힘모멘트의 효과는 0.01% 이하이므로 무시되었다. 또한 열증착 금박막의 파단강도는 식 (16)과 (17)을 이용하였으며, 그 결과는 모두 치아교정용 금합금(dental gold alloy)의 인장강도값⁽¹²⁾과 비슷하였다. 잔류응력은 계산식 (10)~(13)이 모두 동일하지만, 영계수의 경우는 계산식 (10)~(13)에 따라 다소 차이가 있으며, 이러한 차이의 대부분은 모델링시 가장자리효과(edge effect)의 고려정도에서 비롯된다. 해석해 (10)과 (11)은 원래 가정에서 가장자리 효과를 무시하고 있으므로, 가장자리 효과가 고려된 FEM 결과 (12) 및 (13)과 약간의 차이를 보인다. 또한, 파단강도의 경우 정확한 계산을 위해서는 2개의 von Karman 비선형 방정식을 수치적으로 해석해야 하지만, 본 연구에서는 식 (16)과 (17)을 이용하여 파단강도를 계산하였으며, 이와 같이 계산된 값은 서로 큰 차이가 없음을 알 수 있다.

5.1 잔류응력

세 개의 시편을 측정된 결과 열증착 금박막의 잔류응력은 인장(tension)이고, 각각 36.5 MPa, 109.5 MPa, 28.0 MPa의 값을 가지며, 측정치는 $\pm 7\%$ 정도의 오차범위를 내포하고 있다. 여기서, 측정오차는 압력, 멤브레인의 반경, 두께 및 변형량 등의 측정오차들을 모두 포함하여 계산되었다. 세 개의 시편이 잔류응력에서 큰 차이를 보이고 있는데, 이는 본 연구의 열증착장치가 채택하고 있는 실리콘 조각 기관들의 고정방법이 클립과 파라핀계열의 왁스를 동시에 사용하고 있어, 고정될때 조각 기관들 사이에 기계적 변형의 차이가 크게 생겼을 것으로 추정된다. 물론, 보다 좋은 고가장비에서는 특수한 실리콘 기관 고정구를 사용하기 때문에 열증착과정에서의 잔류응력 발생영향을 줄일 수가 있으나, 현

재 사용된 장비에서는 이를 개선할 방법이 없다. 따라서, 본 실험에서 측정된 잔류응력치는 열증착 금박막을 대표하는 값이 되지 못한다. 한편, 시험에 앞서 세 개의 시편에 대해 이루어진 열변형 관찰에서도 위와 같은 결과(Table 1)를 정성적으로 예측할 수 있었다. 즉, 기계적인 하중이 주어지지 않는 상태에서 세 개의 시편을 열판(hot plate) 위에 올려 놓고, 적당히 가열시킨후 박막의 형상을 관측하였는데, 시편 (2)에서는 가열전의 모습과 아무런 차이가 없었으며, 다른 두 시편 (1)과 (3)에서는 좌굴현상(buckling)이 일어남을 발견하였다. 따라서, 시편 (2)가 다른 시편들에 비해 높은 인장 잔류응력값을 지니고 있음을 알 수 있다.

5.2 영계수

열증착 금박막의 푸아송 비를 순도 99.9% 금의 거시적 특성치 $\nu=0.42$ 로 가정한 경우, 영계수(Young's modulus)는 45~70 GPa 범위로 측정(측정오차: $\pm 16\%$) 되었으며, 이는 금의 거시적(bulk) 영계수($E=80 \text{ GPa}^{(4,12)}$) 에 비해 작은 값이다. 또한 E 빔 증착(E-beam evaporation) 된 금박막(두께 $0.87 \mu\text{m}$)을 미소보(microbeam) 로 가공한 뒤 하중-변위곡선을 구하여 영계수를 구한 연구가 문헌으로 발표된 바⁽⁴⁾가 있었는데, 그 결과는 $E=57 \text{ GPa}$ 이었으며, 본 연구결과와 잘 일치하고 있다.

5.3 파단강도

열증착 금박막의 파단강도(rupture strength)는 240~330 MPa 범위로 측정되었으며, 이 값들은 $\pm 7\%$ 정도의 오차범위를 가진다. 이 결과들은 치아교정용 금합금(dental gold alloy: 76 wt% Au + 13 wt% Ag + 8 wt% Cu + 2 wt% Pd)의 인장강도 310~380 MPa⁽¹²⁾ 보다 크게 다르지 않음을 알 수 있었고, 또한 거시적인 알루미늄의 인장강도(170 MPa⁽¹²⁾)보다 1.5~2 배 정도 높은 값이다.

6. 결 론

이론적인 연구에서 원형 멤브레인을 구면변형으로 가정하고, 대변형(large deformation)을 고려한 평판이론(plate theory)⁽¹¹⁾을 사용하여 멤브레인의 하중-변위관계, 응력 및 변형률 등을 폐형태

(closed-form solution)로 유도하였고, 이로부터 파단강도를 계산할 수 있었다. 실험적인 연구에서는 박막금속재료(열증착 금박막)를 대상으로 잔류응력, 영계수와 파단강도 등의 기계적 성질을 측정하고, 그 실험자료들을 확보하였으며, 이의 측정을 위해 블리스터 시험기를 제작하고, 관련 측정방법과 미소시편 제작기술 등을 확립하였다. 본 연구를 구체적인 세 가지 항목으로 나누어 정리 기술하면 다음과 같은 결론을 얻을 수 있다.

첫째, 미소재료시편(원형 멤브레인) 제작기술의 확립

전기연마공정을 이용하여 원형 금 멤브레인 시편을 제작하였으며, 금 이외의 다른 금속박막 구조물 제작에도 응용할 수 있다.

둘째, 블리스터 시편의 해석 및 시험기의 제작

블리스터시험 결과를 이용하여 원형 멤브레인의 기계적 성질을 구할 수 있는 하중-변위관계식을 원형 멤브레인에 대해 폐형태의 형태로 구하였고, 더 나아가 멤브레인의 응력장을 구한후 파단강도를 계산하였다. 블리스터시험기를 제작하고 시험방법을 정립하였다.

셋째, 금 박막재료의 물성치 측정

열증착에 의한 금박막의 잔류응력은 인장으로 측정되었고, 거시적인 금에 비해 영계수는 낮은 값이 얻어졌으며, 파단강도에는 별 차이가 없었다.

후 기

본 논문은 국방과학연구소에서 시행한 장기기초 연구사업(TMED-409-950738)과 한국과학재단의 특정연구과제(94-0200-02-02-3) 연구결과의 일부로서, 국방과학연구소와 한국과학재단의 연구비 지원에 의해 이루어졌습니다.

참고문헌

- (1) Flinn, P. A., Gardner, D. S. and Nix, W. D., 1987, "Measurement and Interpretation of Stress in Aluminum-Based Metallization as a Function of Thermal History," *IEEE Trans. on Electron Devices*, ED-34, pp. 689~699.
- (2) Korhonen, M. A. and Paszkiet, C. A., 1989, "X-ray Determination of the Residual Stresses in the Aluminum Films Deposited on Silicon Sub-

- strate," *Scripta Metallurgica*, Vol. 23, pp. 1449~1454.
- (3) Mehregany, M., Howe, R. T. and Senturia, S. D., 1987, "Novel Microstructures for the in situ Measurement of Mechanical Properties of Thin Films," *J. Appl. Phys.*, Vol. 62, pp. 3579~3584.
- (4) Nix, W. D., 1989, "Mechanical Properties of Thin Films" *Metallurgica Trans. A*, Vol. 20, pp. 2217~2245.
- (5) Kiesewetter, L., Zhang, J. -M., Houdeau, D. and Steckenborn, A., 1992, "Determination of Young's Moduli of Micromechanical Thin Films Using the Resonance Method," *Sensors and Actuators A*, Vol. 35, pp. 153~159.
- (6) Turner, D. R., 1958, "Electropolishing Silicon in Hydrofluoric Acid Solutions," *J. Electrochem. Soc.*, Vol. 105, pp. 402~408.
- (7) Jaccodine, R. J. and Schlegel, W. A., 1966, "Measurement of Strains at Si-SiO₂ Interfaces," *J. Appl. Phys.*, Vol. 37, pp. 2429~2434.
- (8) Pan, J. Y., Lin, P., Maseeh, F. and Senturia, S. D., 1990, "Verification of FEM Analysis of Load Deflection Methods for Measuring Mechanical Properties of Thin Films," *IEEE Solid-State Sensor and Actuation Workshop*, Hilton Head Island, SC, USA, pp. 70~73.
- (9) Lin, P. and Senturia, S. D., 1990, "The in-situ Measurement of Biaxial Modulus and Residual Stress of Multi-Layer Polymeric Thin Films," *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, Vol. 188, pp. 41~46.
- (10) Small, M. K., Vlassak, J. J. and Nix, W. D., 1992, "Re-Examining the Bulge Test : Methods for Improving Accuracy and Reliability," *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, Vol. 239, pp. 257~262.
- (11) Timoshenko, S. P. and Woinowsky-Krieger, K., 1970, *Theory of Plates and Shells*, McGraw-Hill, Tokyo.
- (12) Shackelford, J. F., 1992, *Introduction to Materials Science for Engineering*, Macmillan Publishing Company Inc., 3rd edn..

부 록

원형 멤브레인에 대한 기존의 변형해석⁽⁷⁾

기존의 해석방법은 원형 멤브레인이 구면변형을 하고, 이때 멤브레인의 모든 응력분포는 얇은 벽을 가진 압력용기에서와 동일하다고 가정하는 것으로부터 출발한다. 따라서, 멤브레인의 응력분포는 구형압력용기의 Hoop 응력식으로부터 다음과 같이 주어진다.

$$\sigma = \sigma_r = \sigma_t = \frac{\rho\theta}{2h} \approx \frac{\rho a^2}{4w_0h} \quad (A1)$$

한편, 변형률, ε 과 변형량, w_0 사이의 관계는 구면변형이라는 기하학적 관계를 이용하여 다음과 같이 구할 수 있다.

$$\varepsilon = \varepsilon_r = \varepsilon_t = \frac{\rho\theta - \rho\sin\theta}{\rho\sin\theta} \approx \frac{2w_0^2}{3a^2} \quad (A2)$$

여기서, $\sin\theta = a/\rho$ 이다. 그리고 Hooke의 법칙으로부터

$$\varepsilon - \varepsilon^* = \frac{1-\nu}{E} \sigma \quad (A3)$$

로 주어진다. 여기서, ε^* 는 잔류응력 σ_0 에 기인한 변형률이며 $\varepsilon^* = (1-\nu)\sigma_0/E$ 인 관계가 있다. 식 (A1)과 (A2)를 식 (A3)에 대입하여 정리하면, 다음과 같은 하중-변위관계식이 유도된다.

$$\frac{\rho a^2}{w_0h} = 4\sigma_0 + \frac{8}{3} \frac{E}{1-\nu} \left(\frac{w_0}{a}\right)^2 \quad (A4)$$

식 (A1)과 (A2)는 멤브레인의 응력과 변형률분포가 모두 일정하다는 것을 나타내고 있는데, 이 결과와 식 (3a), (3b)를 이용하여 r 방향의 변위, u 를 구해보면, 다음과 같이 변위 u 가 계산식 (3a)와 (3b)에 따라 다른 형태를 가지는데, 이는 식 (A1)과 (A2)와 같은 응력과 변형률분포에서는 기하학적 일치성이 만족되지 않음을 의미한다.

$$u = \frac{2w_0^2}{3a^4} r(a^2 - r^2) \quad (A5a)$$

$$u = \frac{2w_0^2}{3a^4} r \quad (A5b)$$