

## 고온에서 박막의 기계적 거동 측정 방법

임상채\* · 주재황\* · 강기주†

(2002년 4월 15일 접수, 2002년 11월 15일 심사완료)

### Method for Measuring Mechanical Behaviors of Thin Films at High Temperature

Sang Chai Lim, Jae Hwang Joo and Ki-Ju Kang

**Key Words:** Thin Film(박막), Digital Image Correlation(화상관련법), Infra Red Thermometer(적외선 온도계), Emissivity(방사율), Laser Reflection Interferometry(레이저 반사 간섭계), Laser Speckle(레이저 스페클)

#### Abstract

Recently, the authors have developed a new material test system for thin film at the high temperature. It is so compact and precise with sub micron resolution that it seems to be a useful tool for research of the oxide film growth, its mechanical behavior and failure mechanism. To this end, in this paper three methodologies are described for in-situ monitoring of the displacement & strain and the temperature, the oxide thickness. These are the Laser Speckle analysis with digital image correlation technique, the two-color infra-red thermometer and the laser reflection interferometry respectively. The calibration results and some issues which should be addressed for practical application are presented.

#### 1. 서 론

두께가 수십nm~수 $\mu$ m 인 박막의 기계적 물성은 수 mm 이상의 크기를 가진 덩어리 재료(bulk material)와 다르다. 열계수와 같은 탄성물성보다 항복 응력, 인장강도 등은 특히 크기 효과(scale effect)가 심하다.<sup>(1)</sup> 최근 MEMS, Nano mechanics 등의 발전과 반도체 산업의 기술적 진보에 따라 박막의 기계적 물성을 실험적으로 측정하는 방법과 시험기의 개발이 큰 관심을 받고 있다. 덩어리 물체(substrate)의 표면에 생성된 박막은 내마모성, 타 물체와의 친화성, 광학적 특성, 내산화

성 등의 측면에서 중요한 역할을 하지만 박막 자체의 기계적 물성을 측정하는 것은 용이하지 않다.<sup>(2)</sup>

가스터빈 엔진내의 터빈 블레이드와 같이 고온에 노출되어 작동하는 재료에는  $\alpha$ -상의 알루미늄산화물 표면에 생성케 하여 고온 부식(hot corrosion)을 억제한다. 그런데 열과 기계적 하중이 반복하여 작용함에 따라 표면과 내부 재료의 열팽창계수 차이와 알루미늄 결정성장에 의한 응력에 의하여 알루미늄 막(film)의 분리(delamination)와 좌굴(buckling), 균열(cracking) 등이 발생하여 궁극적으로 재료의 파손을 유발한다.<sup>(3,4)</sup> 따라서 고온 재료의 내구성을 향상시키기 위해서는 알루미늄 박막의 기계적 물성과 결정성장에 의한 응력을 고온 환경하에서 측정할 필요가 있다. 또한 열하중과 기계적 응력을 독립적으로 가하여 박막 파괴현상과 내구 수명을 측정하는 것이 요구된다.

최근 본 저자는 위와 같은 요구에 부응하여 고

† 책임저자, 회원, 전남대학교 공과대학 기계시스템공학부  
E-mail : kjkang@chonnam.ac.kr

TEL : (062)530-1668 FAX : (062)530-1689

\* 전남대학교 대학원 기계시스템공학부

는 미소 시험기를 개발한 바 있다.<sup>(5)</sup> 수십 Newton의 하중과 ~1300℃까지의 열하중을 독립적으로 가할 수 있고 최대길이 30cm정도로 콤팩트하여 박막의 거동 측정 연구에 유용한 수단이 될 것으로 기대된다. 이 장치가 효과적으로 사용되기 위해서는 시편내의 국부적인 변위 또는 변형률, 온도, 그리고 알루미늄 산화막 두께를 측정하는 방법이 확립되어야 한다. 즉, 시편의 크기가 작고 (두께 10~100 $\mu$ m, 길이 20~50mm, 폭 2~5mm) 최대 1300℃의 고온에서 작동되기 때문에 기존의 접촉식 센서는 사용할 수 없어 비접촉의 새로운 방법이 요구된다. 본 연구에서는 위 3가지 변수의 실시간 측정을 위한 방안을 제시하고, 구체적인 교정 결과를 기술하였다.

### 2. 시험기 구조 및 작동 방식

Fig. 1은 본 연구에서 제작한 미소 재료시험기의 개략도이다. 그림에 점선으로 표시된 것과 같이 시험기의 프레임에 사각창을 두어 시험기의 전방 및 후방에서 시편에 직접적으로 레이저와 적외선 등이 투과되도록 설계하였다.

이 시험기의 부하기구(Fig. 1의 ⑧,⑨,⑩,⑪)로는 스텝핑 모터를 사용하였다. 스텝핑 모터는 펄스에 의해 디지털적으로 제어되므로 PC와 연동하여 사용하기에 적합하고 유압식, 공압식에 비해 진동이 적고 정적하중 및 정밀제어가 가능하다는 장점이 있다. 본 시험기에 사용된 스텝핑모터는 ORIENTAL MOTOR사 제품으로 5상제어방식(0.72°/step)에 Gear Guard를 설치하여 0.018°/step이 가능하다. 이 스텝핑모터에 1회전 당 이송거리가 1mm인 Cross Roller Guide를 부착하여 1step당 이송거리가 0.05 $\mu$ m가 되도록 하였다. 그리고 이 스텝핑모터를 제어하기 위해 SURUGA SEIKI사의 콘트롤러(Model D121MS)를 이용하였다.

시편에 고온을 발생시키는 방법으로서 시편에 전기를 가하면 발생하는 저항열(Joule Heat)을 사용하였다. 이것은 시편 주위를 감쌀 필요가 없게 하기 때문에 실시간 모니터링에 유리하다. 또한 전체 시스템의 크기를 작게 할 수 있어 용기에 넣어 주변 환경(기압, 산소 분압, 습도 등)등을 조절하는 실험을 하는 데도 편리하다. 시편을 고정

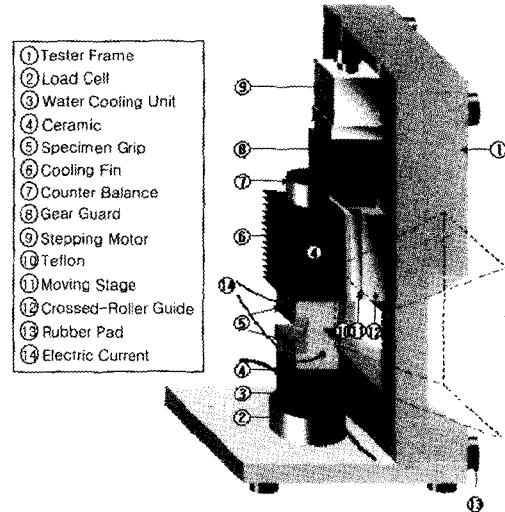


Fig. 1 Schematic diagram of micro material tester

하는 그림에 Fig. 1의 ⑭부분에 DC 전원장치(HP, Model 6573A)를 연결하여 시편에 전류를 가하도록 하였다. 이 전원장치는 외부 PC를 통하여 출력전류를 제어할 수 있는 기능이 있다. 100 $\mu$ m두께의 금속(Fecralloy: Goodfellow사, Fe-22Cr-4.8Al-0.3Y) 박막(폭×길이, 5mm×50mm)에 대한 예비시험 결과, 대략전류 10.01A, 전압 2.7V로 공급했을 때 1200℃의 온도에 도달하였다

### 3. 변위 및 변형률 측정

시편이 최대 1300℃로 가열되기 때문에 자체적으로 전구의 필라멘트와 같이 발광을 한다. 따라서 비접촉 측정법 중에서도 가시광선을 이용한 측정 방법을 사용할 수 없다. 레이저를 시편에 입사하여 그 반사광을 해석하는 것이 유일한 방법이다. ISDG (interferometric strain/displacement gage)<sup>(6)</sup>는 레이저 반사광의 산란을 유발하기 위하여 압흔이나 기타 방법에 의해 시편에 인위적인 요철을 만들어 줘야 하므로 시편 준비가 번거롭고 고온에 노출되어 요철 자국이 희미해지거나 응력 집중으로 인한 시편의 조기 파손을 유발할 수 있다. 반면에 ESPI (electronic speckle pattern interferometry)는 시편의 진동에 매우 민감하고 레이저빔의 확산하여 간섭무늬를 얻기 때문에 시편에서 자체 발광된 빛에 의해 화상의 구별

이 어렵게 된다. 본 연구에서는 레이저 스펙클 화상(image)을 디지털 화상 관련법 (DIC; digital image correlation)으로 처리하여 변위로 구하는 새로운 방안을 개발하였다.

레이저빔이 물체의 표면에서 반사될 때 표면의 거칠기에 의한 레이저빔의 난반사와 간섭에 의하여 밝고 어두운 점이 불규칙적으로 분포하는 화상을 얻게 된다. 이것을 레이저 스펙클이라고 한다.

Fig. 2는 레이저 스펙클을 얻는 장치의 개략도를 나타낸다. He-Ne 레이저(출력 10W,  $\lambda = 634 \text{ nm}$ )를 시편에 입사하여 반사광을 디지털 CCD 카메라로 촬영하였다. 시편에서 발광하는 빛의 영향을 받지 않는 레이저 스펙클을 얻기 위해서는 CCD 카메라의 셔터스피드를 1/2000sec로 빠르게 조절해야 하였다.

Fig. 3은 금속 박막 시험편을 1000°C로 가열하고 5N의 인장 하중을 10초 가할 때 시편 표면의 변형 전후의 스펙클 패턴을 촬영한 화상을 나타낸다. 두 화상은 매우 유사하여 차이를 식별하기 어렵기 때문에 단순히 픽셀 수를 세는 방법으로 변위를 측정할 수 없다.

디지털 화상 관련법은 변형 전후에 측정된 물체 표면에 대한 화상을 비교하여 변위와 변형률을

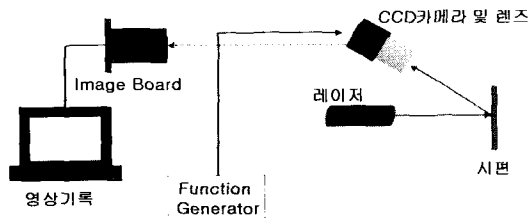


Fig. 2 Schematic diagram of Laser Speckle Method

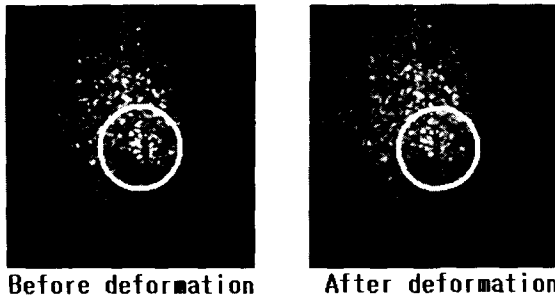


Fig. 3 Speckle pattern before/after deformation of specimen surface at 1000°C

측정하는 방법이다.<sup>(6)</sup> 두 화상에 존재하는 불규칙한 스펙클을 디지털 신호(pixel)의 조합으로 기록하고 변형 전 화상 내의 각 픽셀이 변형 후 화상 내의 어느 점에 매핑 되는가를 알아내기 위해 각 픽셀 주위의 일정영역(subset)내의 모든 픽셀이 최소 오차를 갖고 연관되는 상대편 화상내의 해당 픽셀을 찾아낸다. 장치가 간단하고 픽셀크기의 1/10까지의 변위를 측정할 수 있는 분해능을 가지고 있기 때문에 최근 널리 사용되고 있다.

Fig. 4와 5는 각각 Fig. 3의 레이저 스펙클을 correlated solution 사의 DIC 소프트웨어인 VIC-2D로 해석하여 얻는 변위 등고선도와 중심선 부근( $y=0$ )에서는 변위 분포( $v-y$ ) 선도이다. Fig. 2의 레이저 스펙클 화상의 크기가 직경 1mm정도인 점을 감안하여 0.1 $\mu\text{m}$  이하 (1mm $\times$  1/1000 pixel

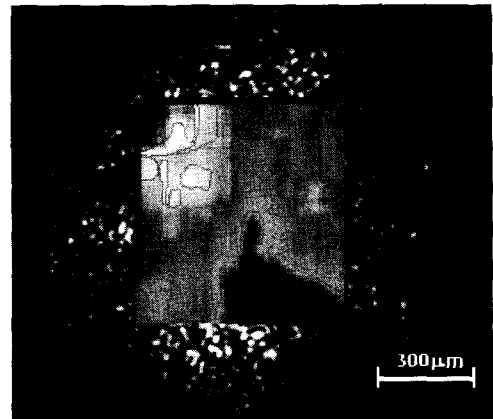


Fig. 4 Contour map of v displacement around a point in a FeCrAlloy sample under tensile loading at the high temperature (1100°C/9hours)

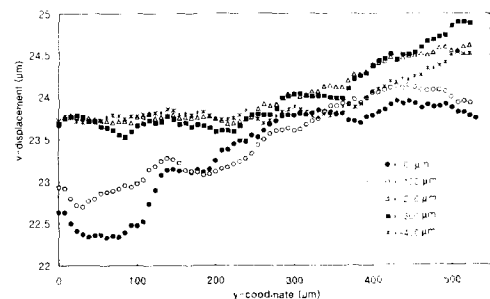


Fig. 5 v displacement distribution along y-axis with various x-coords

$\times 1/10$ 의 분해능을 가지며 국부적인 변위 분포를 측정할 수 있음을 알 수 있다. 측정 영역이  $600 \mu\text{m} \times 600 \mu\text{m}$  정도로 작지만 표면의 거칠기와 불규칙한 산화 때문에 위치에 따라 생기는 변위의 변동까지도 측정할 수 있음을 보여준다.

#### 4. 온도의 측정

비접촉 온도 측정을 위하여 적외선 온도계를 이용하였다. 적외선 온도계는 시편에서 방출되는 적외선 파장의 복사 에너지를 온도로 환산하는 장치이다. 문제는 재료와 표면상태, 온도에 따라 방출되는 복사에너지 비율, 즉 방사율(emissivity)가 달라진다는 것이다. 이상적인 흑체(black body)의 방사율이 1이며 같은 재료라도 산화가 진행되어 표면상태 거칠기 및 산화막 두께가 달라짐에 따라 방사율이 달라지기 때문에 이에 대한 보정이 필요하다.

온도 보정작업은 다음과 같이 진행되었다. 먼저 Fecralloy 박판( $100 \mu\text{m}$  두께) 시편 2장을 겹쳐서 시험기에 장착하고 외부의 공기 난류유동을 억제하고 안정적인 층류를 유도하기 위해 시편 외부에 직경 30mm의 유리관을 씌운다. 유리관에는 열전대와 적외선 감지를 위한 직경 5mm의 구멍이 각각 1개와 2개 뚫어져 있다. 두 시편 사이에 가는 열전대 (K-type, Omega사 5TC-GG-K-30-72)를 끼우고 시편 전후방에 적외선 온도계 (Raytek사, Model FR1BCF103과 Chino사 Model IR-FA1NNN) 설치하였다. Raytek 제품은 파장  $\lambda \approx 1.0 \mu\text{m}$  근처의 2가지 파장대 적외선 신호를 감지(2 color)하여 그 비율로부터 온도를 환산하는 장치로서 두 파장에서 방사율이 같다면 방사율에 무관하게 온도를 측정할 수 있다. 실제로는 파장에 따라 방사율이 달라지는 경우가 있으므로 정확한 측정을 위해서는 각 파장에서의 방사율비 (emissivity slope)를 캘리브레이션하여 입력해 주어야 한다. Chino사 제품은 파장  $\lambda = 1.55 \mu\text{m}$ 의 한가지 파장 적외선 신호만을 감지하게 때문에 방사율 변화에 따라 온도 측정값이 달라진다.

열전대로부터 얻어진 온도를 정확하다고 간주하고 각 적외선 온도계가 열전대와 같은 온도를 갖는 방사율과 방사율비를 결정하였다. Fig. 6(a)는  $1100^\circ\text{C}$  시편을 대상으로 이와 같은 과정으로 결정된 방사율과 방사율비의 변화를 보여주고 있

다. 파장  $\lambda = 1.0 \mu\text{m}$  와  $1.55 \mu\text{m}$  단파장 적외선으로부터 정확한 온도를 측정하기 위해 필요한 방사율  $e$ 는 각각  $e = 0.82 \sim 0.53$ ,  $e = 0.89 \sim 0.65$  범위에서 산화 시간에 따라 변화한다. 즉, 산화막의 두께 증가와 표면 거칠기의 변화가 방사율을 대략  $\Delta e = 0.3$  만큼 변화시킨다. 반면에 방사율비는 초기 약간의 변동( $\sim 0.02$ )을 제외하고는 일정한 값을 유지한다. Fig.6(b)는 각각의 적외선 온도계의 방사율과 방사율비를 일정한 값으로 고정하였을 때 측정된 온도 변화를 보여주고 있다. 이 방사율과 방사율비 값은 Fig.6(a)의 결과를 보고 가장 작은 오차를 갖도록 정해진 것이다. 윗 그림과 같이 방사율비를 이용해서 두 파장의 적외선 (2-color)신호를 비교해서 온도를 결정하는 방법이 오차가  $\pm 10^\circ\text{C}$  정도로 가장 작고,  $1.5 \mu\text{m}$  단파장,  $1.0 \mu\text{m}$  단파장(single color) 순으로 오차가 커진다. 특히, 2-color 측정법의 경우 6시간(360분) 이후에는 오차가 급격히 줄어든다. 따라서 Fecralloy 시편의 경우 2-color 측정법을 이용하여 온도를 측정하는 것이 가장 오차가 적다.

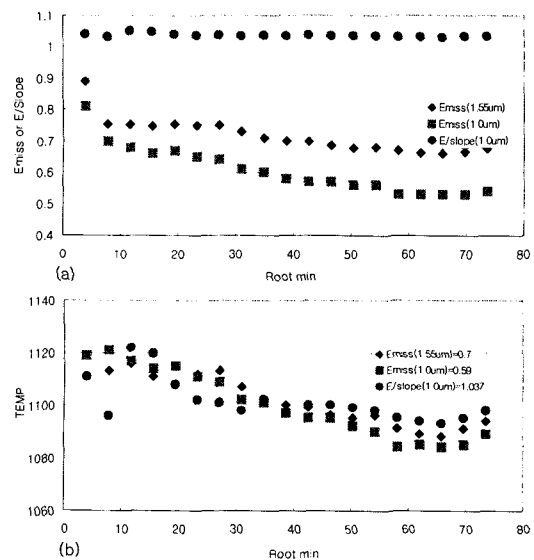


Fig. 6 Calibration data of emissivity and emissivity slope as a function of oxidation time; (a) with a fixed temperature ( $1100^\circ\text{C}$ ) (b) with a fixed emissivity or E/Slope

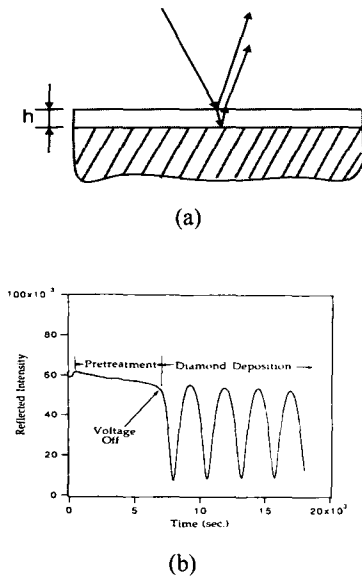


Fig. 7 (a) Experimental setup of LRI (b) Typical response of LRI with increase of a diamond coating

5. 알루미늄 산화막 두께의 측정

알루미늄 산화막 두께는 고온에서의 알루미늄 기계적 성질과 파손 현상을 연구하는데 꼭 측정해야하는 값이다. 본 연구에서는 레이저 반사 간섭계 (LRI; Laser Reflection Interferometry)를 이용하였다. Fig. 7은 Stoner 등<sup>(7)</sup>이 MPCVD(Microwave Plasma Chemical Vapor Deposition) 공정 시 표면에 성장되는 다이아몬드 층의 두께를 측정하기 위하여 사용한 LRI 장치와 두께의 변화에 따른 반사광 세기의 변화를 보여준다. 레이저가 입사되면 그의 일부가 투명한 코팅층 외부 표면에서 반사되고 나머지는 코팅층과 내부 금속 사이의 경계면에서 반사된다. 이 두가지 반사광은 경로 차이와 굴절율에 따라 서로 간섭하여 코팅층의 두께가 증가함에 따라 보강·소멸을 반복하게 된다. 그 결과 Fig. 7(b)와 같이 반사광의 세기가 요동하게 된다. 코팅층의 두께  $h$ 는 요동 횟수  $N$ 과 다음과 같은 관계를 갖는다.

$$h = \frac{N\lambda}{2\eta}$$

여기서  $\lambda$ 는 레이저의 파장,  $\eta$ 는 코팅 재료의 굴절율이다.

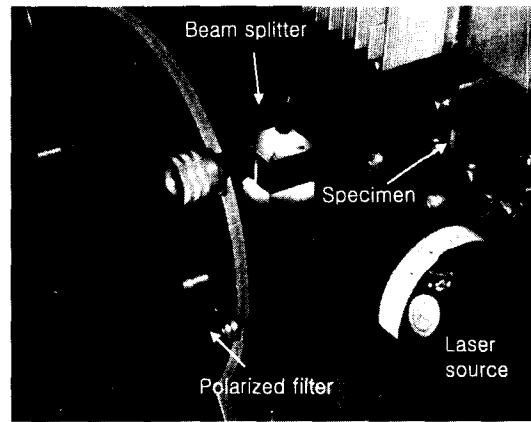


Fig. 8 Experimental setup for LRI

본 연구에서는 FeCrAlloy 박판이 1100℃에서 산화될 때 시간에 따른 LRI 응답을 측정하였다. Fig. 8은 실험장치를 보여준다. 실제 시편은 0.5 $\mu$ m 수준의 초기 거칠기가 있으며 산화가 진행됨에 따라 더욱 거칠어지며 주름이 생기기도 한다. 따라서 레이저 반사광은 난반사와 산란을 하게 되므로 사진에서와 같이 편광 필터를 설치하였다. 또한 광센서로서 디지털 CCD 카메라(Kodak사 Megaplug ES1.0)를 사용하였다. 이는 반사광에 대한 디지털 필터링, 감도 조절 등을 통하여 난반사와 산란에 의한 영향을 조절하기가 용이하기 때문이다.

Fig. 9(a)는 1100℃에서 산화 시간에 따른 LRI 응답을 측정한 결과이다. 산화가 진행됨에 따라 반사광의 세기가 전형적인 사인형 변동과 함께 그 절대값이 점차 감소하고 있다. 진폭 또한 감소해서 약 30시간 경과한 후에는 변동을 식별하기가 어렵다. 이것은 앞에서 언급한 산화에 따른 표면 상태의 변화와 반사광의 산란 때문인 것으로 보인다. Fig. 9(b)는 위 실험에서 얻어진 요동 횟수  $N$ 을 식(1)에 대입하여 구한 산화층 두께  $h$ 를 산화 시간에 따른 함수로 나타낸 것이다.  $h-\sqrt{t}$  관계가 선형으로 기존의 산화 이론과 잘 일치한다. Fig. 9(c)는 동일한 실험을 1000℃와 1100℃, 1200℃에서 실행한 결과이다. 주어진 시간에서 온도가 높아갈수록 요동수  $N$ 이 증가한다. 이것은 산화 속도가 온도에 비례하여 높아짐을 뜻한다.

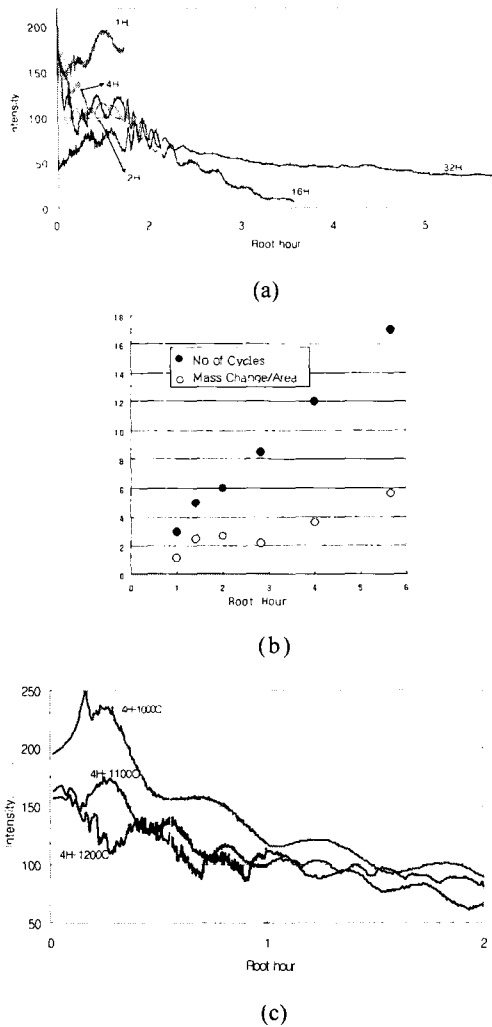


Fig. 9 (a) LRI response with oxidation time at 1100°C (b) Number of perturbation of LRI response above and mass changes per the surface area with time (c) LRI responses at three temperatures

### 6. 토론

본 연구에서 제시한 레이저 스펙클에 의한 변형을 측정법, 2-color 적외선 온도 측정법, LRI에 의한 산화막 두께 측정법을 기본적으로 비접촉이기 때문에 시편에 대한 기계적, 열적 하중을 가하면서 실시간 측정을 가능하게 한다. Fig. 10은

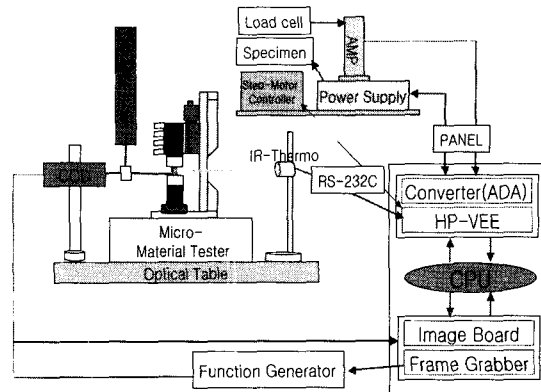


Fig. 10 Schematic of measurement and control system for the thermo-mechanical test

위의 3가지 측정 장비가 함께 표시된 계측 및 제어 개략도이다. 시편의 후면에는 적외선 온도 센서, 전면에는 레이저 스펙클과 LRI를 위한 2대의 CCD 카메라, 측면에는 He-Ne 레이저가 배치되며 두 대의 PC로 제어된다.

본 시험 장치와 계측 시스템을 다음과 같은 연구를 수행하는데 효과적으로 사용될 수 있을 것으로 기대된다.

- 알루미늄의 기계적 물성(항복응력, 인장강도 등)과 결정 성장 응력(growth stress)
- 알루미늄/금속 접합층에 대한 열/기계적 내구성 피로 시험
- 알루미늄/금속의 계면 파괴 현상

이 시스템은 원리적으로 동작이 가능하지만 실용적으로 사용되기 위해서는 몇 가지 해결해야 하는 문제점을 가지고 있다. 첫째, LRI 신호가 산화가 진행됨에 따라 약화되어 대략 20시간/1100°C 후에는 요동을 확인할 수 없다. 감도를 높이기 위해서 반사빛을 효과적으로 처리/분석하는 방법이 강구되어야 한다. 둘째, LRI 신호를 시편 두께와 관계가 검증되어야 한다. 식에서 굴절을 끼는 상온에서 천연 알루미늄인 사파이어에 대한 값으로 온도와 재료의 성분(불순물)에 민감하게 변한다. 따라서 실험이 끝난 후 시편의 단면 사진으로부터 실제 산화층 두께를 측정하여 교정할 필요가 있다. 셋째, 위 3가지 측정법중 레이저 스펙클에 의한 변위 및 변형률 측정법은 일차적으로 Laser speckle 화상을 녹화한 후 별도의 DIC 소프트웨어를 이용하여 계산하는 과정을 거쳐야 하기 때문에 시험기를 제어하는데 사용할 수 없

다. 이미지 녹화와 DIC 해석 과정을 자동화하여야 한다.

## 7. 결 론

고온에서 박막의 기계적인 거동을 측정하기 위한 새로운 실험 방법 및 장치가 소개되었다. 구체적인 사양은 다음과 같다.

- 1) 스테핑 모터로 구동되며 위치제어 분해능이  $0.05\mu\text{m}$ 이다. 시편 자체의 저항열을 이용하여 최고  $1300^\circ\text{C}$ 에서 실험할 수 있다.
- 2) 변위 측정은 레이저 스펙클을 디지털 화상 관련법으로 해석하여 측정하며 분해능은 픽셀 크기의  $1/10$ 이다.
- 3) 온도는 적외선 온도계를 이용하여 측정하며 두파장의 적외선 신호를 비교하여 온도를 결정하는 방법으로 최대  $\pm 10^\circ\text{C}$ 의 오차를 준다.
- 4) 산화막 두께는 레이저 반사 간섭계를 이용하여 측정하며 약  $0.5\mu\text{m}$ 의 분해능을 갖는다.

## 후 기

본 연구는 2001년 BK 21 프로젝트의 RA 지원에 의해 수행되었습니다.

## 참고문헌

- (1) Vinci, R. P. and Baker, S. P., Jan. 2002, "Mechanical Properties in Small Dimensions," *MRS Bulletin*, pp.12~51.
- (2) Kim, Youngman, 1997, "Elastic Modulus Measurement of Thin Film Using a Dynamic Method," *J. Electronic Materials*, Vol. 26, pp. 1002~1008.
- (3) Evans, A. G., Mumm, D. R., Hutchison, J. W., Meier, G. H., and Pettit, F. S., 2001, "Mechanisms Controlling the Durability of Thermal Barrier Coatings," *Progress in Material Science*, Vol. 46, pp. 505~553.
- (4) Clarke, D. R. and Pompe, W., 1999, "Critical Radius for Interface Separation of a Compressively Stressed Film from a Rough Surface," *Acta Materialia*, Vol. 47, pp. 1749~1756.
- (5) Sang Chai Lim, Ki-Ju Kang, 2001, "Method for Measuring Mechanical Behaviors of Thin Films at High Temperature," *Proceeding of the Korean Welding Society Autumn Annual Meeting*, Vol. 38, pp. 225~228.
- (6) Sutton, M. A., Chae, T. L., Turner, T. J. & Bruck, N. A., 1990, "Development of a Computer Vision Methodology for the Analysis of Surface Deformations in Magnified Images," *ASTM STM 1094*, pp. 109~132.
- (7) Stoner, B. R., Williams, B. E., Wolter, S. D., Nishimura, K. and Glass, J. T., 1992, "In-situ Growth Rate Measurement Plasma CVD of Diamond," *J. Mater. Res*, Vol. 7, pp. 257~260.
- (8) Rhines, F. N. and Wolf, J. S., 1970, "The Role of Oxide Micro Structure and Growth Stresses in the High Temperature Scaling of Nickel," *Metallurgical Transaction* Vol. 1, pp. 1701~1710