

## Nanoindenter를 이용한 MEMS 제품의 기계적 특성 측정

한준희<sup>†</sup> · 박준협\* · 김광석\*\* · 이상율\*\*

한국표준과학연구원 물질량표준부

\*동명정보대학교 메카트로닉스공학과

\*\*한국항공대학교 재료공학부

(2003년 3월 21일 접수; 2003년 6월 26일 승인)

## Nanoindentation Experiments on MEMS Device

Jun-Hee Hahn,<sup>†</sup> Jun-Hyub Park,\* Gwang-Seok Kim,\*\* and Sang-Yul Lee\*\*

Chemical Metrology and Materials Evaluation Div., KRIS, Daejeon 305-600, Korea

\*Department of Mechatronics Engineering, Tongmyong University of Information Technology, Busan 608-711, Korea

\*\*Department of Materials Engineering, Hankuk Aviation University, Koyang 412-791, Korea

(Received March 21, 2003; Accepted June 26, 2003)

### 초 록

잉크젯 프린터 헤드용 기능성 막으로 많이 활용하고 있는 다층박막(SiO<sub>2</sub>/poly-Si/SiN/SiO<sub>2</sub>, 두께, 2.77 μm)과 다이아몬드 박막(두께, 1.6 μm)을 미소 외팔보(μ-CLB) 형태로 가공한 후 nanoindenter를 이용한 굽힘 시험 방법으로 탄성계수와 굽힘 강도를 측정하였으며 다층막을 이루는 박막 중 SiO<sub>2</sub> 박막(두께, 1 μm)과 SiN 박막(두께, 0.43 μm)의 탄성계수를 미소 외팔보 굽힘 시험 방법과 nanoindentation 방법으로 측정 후 그 결과를 비교하였다. 미소 외팔보 굽힘 시험방법으로 측정 한 다층막의 탄성계수와 파괴강도는 외팔보의 폭이 18.5 μm에서 58.5 μm로 증가함에 따라 각각 68.08 GPa와 2.495 GPa에서 56.53 GPa와 1.834 GPa로 감소하였다. SiO<sub>2</sub> 박막의 탄성계수 측정값은 외팔보의 폭이 29.6 μm와 59.5 μm 범위에서 변하여도 영향을 받지 않고 68.16±0.942 GPa이었으며, SiN 박막의 탄성계수는 215.45 GPa이었다. Nanoindentation 방법으로 측정한 SiO<sub>2</sub> 박막과 SiN 박막의 탄성계수는 각각 98.78 GPa, 219.38 GPa이었다. 이 결과로부터 미소 외팔보 굽힘 시험방법으로 측정한 박막의 탄성계수가 nanoindentation 방법으로 측정한 탄성계수와 2% 미만의 차이를 보이며 일치함을 알 수 있었다.

### ABSTRACT

The elastic moduli or fracture strengths of multi-layered film (SiO<sub>2</sub>/poly-Si/SiN/SiO<sub>2</sub>, 2.77 μm thick), CVD diamond film (1.6 μm thick), SiO<sub>2</sub> film (1.0 μm thick) and SiN film (0.43 μm thick) made for the membrane of ink-jet printer head were measured with cantilever beam bending method using nanoindenter after fabricating in the form of micro cantilever beam (μ-CLB). And the elastic moduli of μ-CLB of SiO<sub>2</sub> film and SiN film were compared with the value of each film on silicon substrate determined with nanoindentation method. The results showed that the modulus and strength of multi-layered film decrease from 68.08 GPa and 2.495 GPa to 56.53 GPa and 1.834 GPa, respectively as the width of CLB increases from 18.5 μm to 58.5 μm. And the elastic moduli of SiO<sub>2</sub> and SiN films measured with μ-CLB bending method are 68.16 GPa and 215.45 GPa, respectively and the elastic moduli of these films on silicon substrate measured with nanoindentation method are 98.78 GPa and 219.38 GPa, respectively. These results show that with μ-CLB bending technique, moduli can be measured to within 2%.

**Key words :** MEMS, Micro cantilever beam bending, Modulus, Strength, Nanoindentation, Ink-jet printer

### 1. 서 론

마이크로미터 크기 MEMS 제품의 구동 특성은 경도, 탄성계수, 강도, 인성, 피로특성 잔류응력 등과 같은 재료의 기계적 특성과 thin ligaments, oxide cuts joining layers,

pin joints, hinges 등과 같은 제작 공정 및 구조물 형상 특성에 의하여 제한 받게 된다. MEMS 제작을 위한 마이크로머시닝 기술은 크게 벌크 마이크로머시닝 과 표면 마이크로머시닝으로 나눌 수 있는데, 어떤 방법에 의한 것이든 벌크 기계적 특성만을 고려한 경우 신뢰성 있는 제품 제작을 보장할 수 없다. 그 이유는 벌크 마이크로머시닝 방법으로 제작한 MEMS 제품의 경우 제작 공정과 제품 고유형상 등에 의해 최종 제품의 기계적 특성이 달라지기 때문이며 표면 마이크로머시닝 방법에 의한 경우 앞

<sup>†</sup>Corresponding author : Jun-Hee Hahn

E-mail : juny@kriss.re.kr

Tel : +82-42-868-5328 Fax : +82-42-868-5032

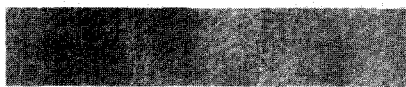
의 인자 외에도, 일반적으로 박막재료는 화학 성분이 같더라도 벌크 재료와는 다른 미세조직을 갖으며 그 영향으로 기계적 특성이 달라지기 때문이다. 따라서 신뢰성 있는 MEMS 제품 제작을 위한 기계적 특성평가는 실제 제품과 동일한 제작 공정으로 만든 적절한 형상의 마이크로미터 단위 크기 시편에 대하여 하여야 한다.

본 연구의 목적은 nanoindentation 방법을 사용하여 MEMS 재료 및 제품의 탄성계수, 경도, 강도 등과 같은 기계적 특성을 측정하고 그 의미를 밝히는 것이다. 이를 위하여 잉크젯 프린터 헤드의 기능성 막(membrane)으로 사용되는 다층박막( $\text{SiO}_2/\text{poly-Si}/\text{SiN}/\text{SiO}_2$ , 두께  $2.77 \mu\text{m}$ )과 다이아몬드 박막(두께,  $1.6 \mu\text{m}$ )을 미소 외팔보 형태로 가공한 후 nanoindenter를 이용한 굽힘 시험 방법으로 탄성계수와 굽힘강도를 측정하였으며 다층막을 이루는 박막 중  $\text{SiO}_2$  박막(두께,  $1 \mu\text{m}$ )과  $\text{SiN}$  박막(두께,  $0.43 \mu\text{m}$ )의 탄성계수를  $\mu\text{-CLB}$  굽힘 시험 방법과 nanoindentation 방법<sup>1,2)</sup>으로 측정한 후 그 결과를 비교하였다.

## 2. 실험방법

미소 외팔보 시편은 기존의 반도체 공정과 MEMS 분야에서 사용되는 기판 가공기술인 벌크 마이크로머시닝 공정을 복합하여 제작하였다. 다이아몬드 박막은 HFCVD 방법으로 증착하였으며, 다층막의 경우, N-type (100) 실리콘 기판 위에  $0.64 \mu\text{m}$  두께의  $\text{SiO}_2$ (열산화),  $1.2 \mu\text{m}$  두께의 다결정 실리콘(LPCVD),  $0.43 \mu\text{m}$   $\text{SiN}$ (LPCVD),  $0.5 \mu\text{m}$  두께의  $\text{SiO}_2$ (TEOS, PECVD) 순서로 증착하고 건식 부식(reactive ion etching) 방법을 사용하여 외팔보 형태로 패턴을 만들었다. 다른 다층막들의 패턴도 증착 후 같은 방법으로 제작하였다(Fig. 1(a)). 그리고 외팔보 패턴을 보호

(a) Layers Patterning; Mask#1



(b) PR Patterning; Mask#2



(c) Si Dry Etching (Isotropic)



(d) PR Ashing



Protection Layer (PR)

CLB Pattern

Silicon Wafer

Fig. 1. Procedure of microcantilever beam pattern fabrication.

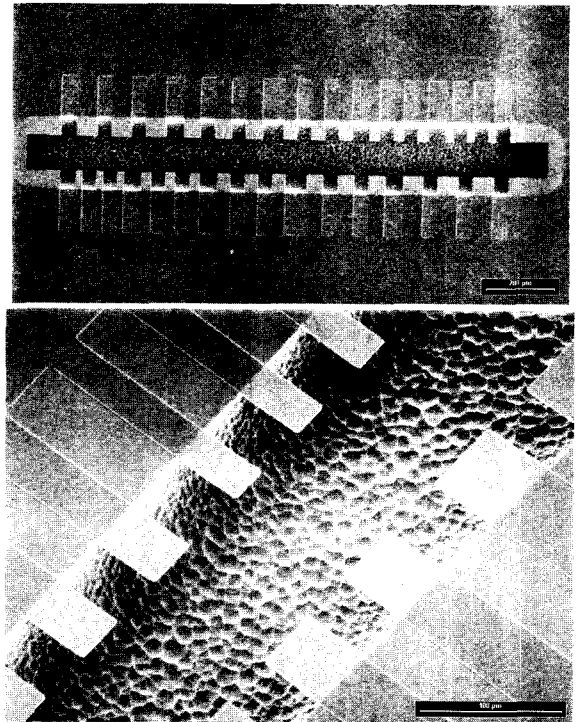


Fig. 2. SEM image of  $\text{SiO}_2$  microcantilever beam.

하면서 실리콘 지지층을 부식하기 위하여 전면에 보호막(PR)을 코팅하고 Fig. 1(b)와 같이 부식창(etch window)을 만들었다. 보호막을 Fig. 1(b)의 형상으로 제작한 이유는 실리콘 지지층을 부식할 때 외팔보의 윗면뿐만 아니라 옆면도 보호하여 설계한 대로 정밀한 형상의 미소 외팔보를 만들기 위한 것이다. 실리콘 지지층은 등방성 부식 가스인  $\text{XeF}_2$  가스를 사용하여 건식 부식시켰으며 cantilever의 길이는 etching 시간으로 조절하였다(Fig. 1(c)). 그 후 PR을 산소 플라즈마로 제거(ashing)하였다(Fig. 1(d)). 이렇게 제작한 미소 외팔보 시편은 Fig. 2와 같다. 외팔보는 다섯 종류를 제작하였는데 길이는 모두  $40 \mu\text{m}$ , 폭은 각각  $20 \mu\text{m}$ ,  $30 \mu\text{m}$ ,  $40 \mu\text{m}$ ,  $50 \mu\text{m}$ ,  $60 \mu\text{m}$ 가 되게 하였다.

미소 외팔보 굽힘 시험은 미국 MTS사가 제작한 nanoindenter II로 하였으며 압자로는 Berkovich 압자를 사용하였다. 이 시험기의 압입 변위 및 하중 측정 해상도는 각각  $0.1 \text{ nm}$ ,  $100 \text{ nN}$ 이다. 미소 외팔보 굽힘 시험의 형상적 조건은 Fig. 3과 같으며 식(1)과 식(2)를 사용하여 탄성계수<sup>3,4)</sup>와 굽힘강도<sup>5)</sup>를 각각 계산하였다.

$$w = 4Pc^3(1 - \nu^2)/(bt^3E) \quad (1)$$

$$\sigma_b = \frac{6Pc}{bt^2} \quad (2)$$

여기서  $w$ 은 휨량(deflection),  $P$ 는 load,  $c$ 는 지지점과 하중점 사이 거리(span),  $\nu$ 는 Poisson's ratio,  $b$ 는  $\mu\text{-CLB}$ 의

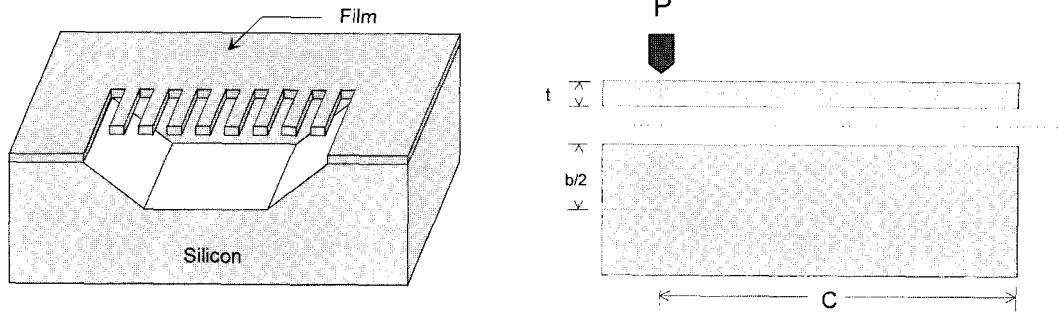


Fig. 3. Schematic diagram of microcantilever beam and geometric test condition.

쪽,  $t$ 는  $\mu$ -CLB의 두께,  $E$ 는 박막의 탄성계수,  $P_f$ 는 파단 하중 그리고  $\sigma_b$ 는 굽힘강도이다.

Nanoindenter를 이용하여 미소 외팔보 굽힘 시험을 할 때 가장 중요한 과정은 압자가 허공으로부터 시편의 표면으로 접근하는 과정인데, 횡량과 인가 하중의 기준점 ('0' 점)을 정하는 과정이다. 경도가 1 GPa 이상 혹은 탄성계수가 15 GPa 이상인 bulk 시편의 경우 접근과정에서 압자 이동에 따른 하중의 증가율(surface detect factor)이

3배 이상 증가하면 접근 과정은 종료하고 접근 과정에서의 압자 이동량 data로부터 표면을 결정하게 되는데 미소 외팔보의 경우 강성(stiffness)이 압자 지지 스프링의 강성 ( $\approx 100$  N/m) 보다 적은 경우가 많으므로 surface detect factor를 적게 하는 것이 중요하다. 이것을 고려하여 시험 과정은 다음과 같이 하였다.

Step 1. 접근 과정: 압자 속도=7 nm/sec, surface detect factor=1.4

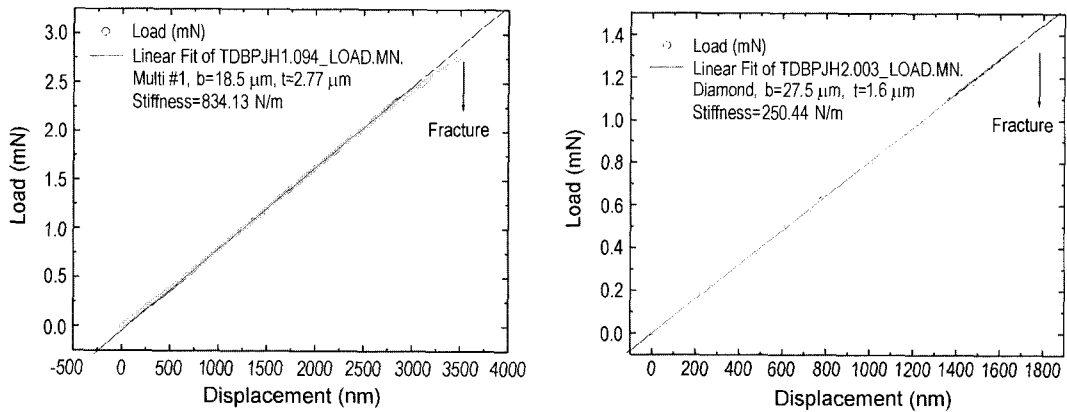


Fig. 4. Loading segment of the load versus indenter displacement data from the nanometer scale bending experiment for multi-layered ( $\text{SiO}_2/\text{poly-Si}/\text{SiN}/\text{SiO}_2$ ) microcantilever beam (left) and diamond microcantilever beam (right).

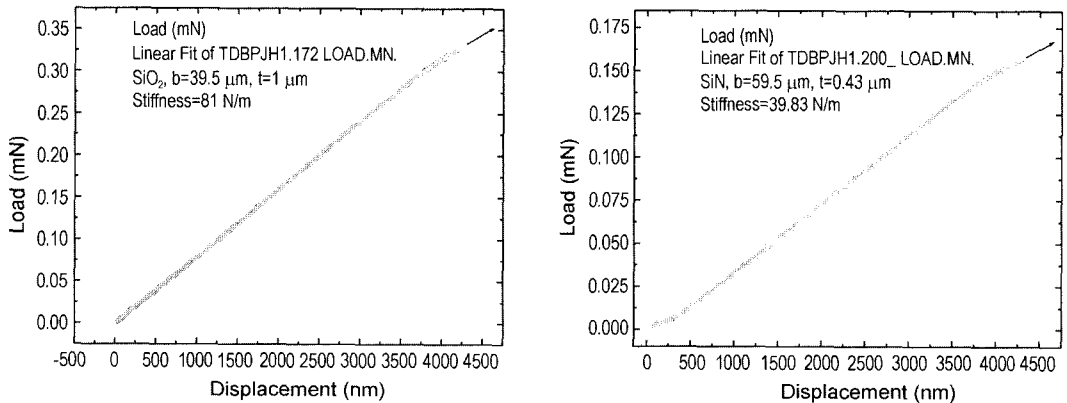


Fig. 5. Elastic deformation parts of loading segment of the load versus indenter displacement data from the nanometer scale bending experiment for silicon oxide microcantilever beam (left) and silicon nitride microcantilever beam (right).

Step 2. 부하 과정: 압자 속도=18 nm/sec, 7000 nm max. depth

Step 3. 하중 제거 과정: 압자 속도=18 nm/sec

### 3. 결과 및 고찰

잉크젯 프린터 헤드용 기능성 막 재료인 다층박막( $\text{SiO}_2/\text{poly-Si/SiN/SiO}_2$ )과 다이아몬드 박막 외팔보에 대한 굽힘 시험 결과는 Fig. 4와 같다. 다층박막의 경우 탄성변형과 약간의 소성변형 후, 외팔부 폭에 관계없이, 휨량이 3500 nm 근처일 때 파단 되었으며, 다이아몬드 박막의 경우 휨량이 1800 nm 근처일 때 파단되었다. 다층박막을 구성하는  $\text{SiO}_2$  박막과 SiN 박막에 대해서도 미소 외팔보 굽힘 시험을 하였는데 그 결과는 Fig. 5와 같다. 이들 박막의 경우 휨량이 4500 nm 이상이 되어도 파단이 일어나지 않았으며, 5000 nm 이상의 변형에서는 압자(Berkovich)의 면 부분이 외팔보 혹은 지지부분과 닿는 것을 관찰하였다 (Fig. 6). 따라서  $\text{SiO}_2$  박막과 SiN 박막은 탄성계수만을 계산할 수 있었으며 다층박막과 다이아몬드 박막은 탄성계수와 파괴강도 모두 계산하였다.

두께가 두꺼워 강성이 큰 다층박막 외팔보의 경우 (> 700 N/m) 부하 과정 초기에 하중-압자 이동량 곡선 기울기(압자 이동량 증가에 따른 하중 증가 비)가 이후 탄성변형 과정의 기울기에 비하여 적은 부분이 나타나는 것을 관찰할 수 있었는데(Fig. 4 왼쪽) 이것은 압자와 외팔보의 접촉 초기에는 가한 하중에 의한 압자의 이동량이 외팔보의 휨에 의해서보다 표면을 파고 들어감(압입)에 의해 주도적으로 일어나기 때문이다. 또한 이와 같은 양상이 나타나는 하중(혹은 압자 이동량) 범

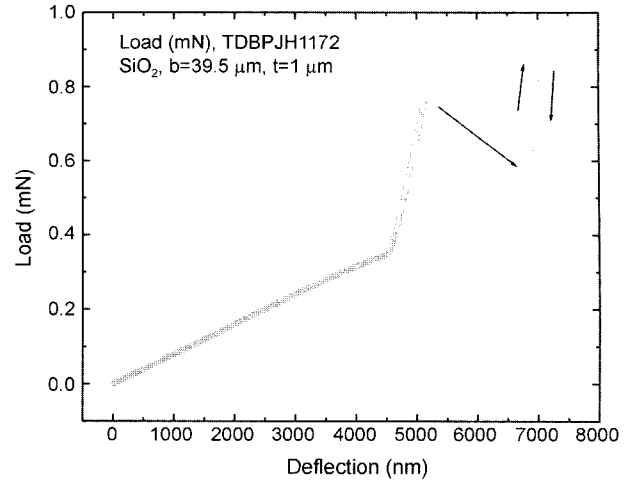


Fig. 6. Load versus deflection for the nanometer scale bending experiment performed on silicon oxide microcantilever beam.

위가 외팔보의 폭(b)이 커질수록 커지는 것도 관찰하였다. 이와 같은 현상은 박막의 두께가 얇아 강성이 적은 다이아몬드 박막,  $\text{SiO}_2$  박막 외팔보에 대한 실험결과에서는 나타나지 않았다. 그러나 박막의 두께가 너무 얇아 강성이 낮은 SiN 박막의 경우(< 40 N/m) 기준점 설정이 어려워 시험 초기에 탄성 변형특성에서 벗어나는 결과들을 얻었다(Fig. 5 오른쪽). 따라서 모든 박막의 탄성계수(E)는 이들 영향을 제거하기 위하여, 하중-압자 이동량 plot의 직선부의 기울기( $\Delta P/\Delta w$ )를 측정하고 식(3)을 사용하여 계산하였으며 파단 강도는 파단 하중( $P_f$ ) 측정 결과와 식(2)를 사용하여 계산하였다. 그 결과는 Table 1과 같다.

Table 1. Elastic Modulus and Bending Strength Measured on Multi Layered ( $\text{SiO}_2/\text{poly-Si/SiN/SiO}_2$ ) and Diamond Microcantilever Beams

Film type	Width ( $\mu\text{m}$ )	Thickness ( $\mu\text{m}$ )	Effective length* ( $\mu\text{m}$ )	Elastic modulus (GPa)	Bending strength (GPa)
Multi layered ( $\text{SiO}_2/\text{poly-Si/SiN/SiO}_2$ )	18.5	2.77	20	$68.08 \pm 0.81$	$2.495 \pm 0.097$
	28.3	2.77	20	$64.14 \pm 0.94$	$2.252 \pm 0.054$
	38.4	2.77	20	$61.52 \pm 1.71$	$2.028 \pm 0.036$
	48.4	2.77	20	$58.75 \pm 1.63$	$1.971 \pm 0.083$
	58.5	2.77	20	$56.53 \pm 1.57$	$1.834 \pm 0.073$
Diamond	30	1.6	21	$232.66 \pm 8.96$	$2.28 \pm 0.136$
Silicon oxide	19.6	1	11.5	$71.63 \pm 0.45$	—
	29.6	1	20	$68.67 \pm 0.57$	—
	39.7	1	20	$67.86 \pm 0.53$	—
	49.6	1	20	$69.13 \pm 0.43$	—
	59.5	1	20	$66.99 \pm 1.31$	—
Silicon nitride	59.5	0.43	19.3	$215.45 \pm 6.59$	—

\*Distance between supporting and loading points

**Table 2.** Comparison of Elastic Moduli of SiO<sub>2</sub> and SiN Films Measured with Cantilever Beam Bending Method with those of these Films on Silicon Substrate Measured with Nanoindentation Method

	Silicon oxide (thickness=1 μm)	Silicon nitride (thickness=0.43 μm)	Silicon (100) (thickness=0.89 mm)
μ-CLB, Bending	68.16±0.942	215.45±6.59	-
Nanoindentation, CSM	68.78±0.39	219.38±3.86	175±1.0

$$\Delta P/\Delta w = \text{직선부분 기울기} = (br^3E)/(4c^3(1-\nu^2)) \quad (3)$$

이 결과를 보면, 다층박막의 경우 탄성계수 계산 값이 외팔보의 폭이 증가할수록 감소하는 것을 알 수 있는데 이것은 다층박막 외팔보의 강성이 커서 굽힘 시험시 지지점(실리콘)이 같이 변형을 하였기 때문으로 지지점의 변형을 고려하지 않은 식(1)(혹은 식(3))을 활용하여 탄성계수를 계산할 수 없음을 의미한다. 다층박막의 탄성계수를 이 식을 사용하여 계산하기 위해서는 외팔보의 길이가 더 길어 지지점과 하중점 사이 거리(c)가 더 길어야 한다. 비슷한 탄성계수를 갖으나 상대적으로 외팔보의 두께가 얇아 강성이 적었던 SiO<sub>2</sub>의 경우 외팔보 두께에 의한 영향이 없음을 알 수 있다.

이와 같은 미소 외팔보 굽힘 시험에 의한 박막의 탄성계수 측정 결과의 신뢰성을 평가하기 위하여 실리콘 지지층 위의 SiO<sub>2</sub> 박막과 SiN 박막의 탄성계수를 nanoindentation 방법으로 측정하고 위 결과와 비교하였다. 그 결과는 Table 2와 같으며 두 방법에 의한 측정결과가 2% 오차 범위에서 일치함을 알 수 있다.

#### 4. 결 론

잉크젯 프린터 헤드의 기능성 막으로 사용되는 다층박막(SiO<sub>2</sub>/poly-Si/SiN/SiO<sub>2</sub>, 두께, 2.77 μm)과 다이아몬드 박막(두께, 1.6 μm)을 미소 외팔보 형태로 가공한 후 nanoindenter를 이용한 굽힘 시험 방법으로 탄성계수와 굽힘강도를 측정하였으며 다층막을 이루는 박막 중 SiO<sub>2</sub> 박막(1 μm)과 SiN 박막(0.43 μm)의 탄성계수를 미소 외팔보 굽힘방법과 nanoindentation 방법으로 측정한 후 그 결과를 비교하였다. 다층박막의 경우 CLB의 폭이 18.5 μm에서

58.5 μm로 증가함에 따라 탄성계수와 굽힘강도 측정값이 각각 68.08 GPa, 2.495 GPa에서 56.53 GPa, 1.834 GPa로 감소하는 경향을 보이며 그 원인은 다층박막 외팔보의 강성이 커서 굽힘 시험시 지지점(실리콘)이 같이 변형을 하였기 때문이다. 또한 μ-CLB 굽힘방법과 CSM 방법으로 측정한 SiO<sub>2</sub> 박막과 SiN 박막의 탄성계수는 각각 68.16 GPa, 215.45 GPa과 98.78 GPa, 219.38 GPa로 두 방법에 의한 시험 결과가 2% 이내에서 일치하였다.

#### 감사의 글

본 연구는 나노소재기술개발사업단의 연구지원으로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

#### REFERENCES

1. W. C. Oliver and G. M. Pharr, "An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments," *J. Mater. Res.*, **7** [6] 1564-83 (1992).
2. J. H. Hahn, "Nanoindentation Experiments on Some Thin Films on Silicon," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **37** [6] 596-603 (2000).
3. S. P. Timoshenko and J. M. Gere, "Mechanics of Materials," p. 179, Van Nostrand, New York, 1972.
4. T. P. Weihs, S. Hong, J. C. Bravman, and W. D. Nix, "Mechanical Deformation of Cantilever Microbeams: A New Technique for Testing the Mechanical Properties of Thin Films," *J. Mater. Res.*, **3** [5] 931-42 (1988).
5. T. P. Weihs, S. Hong, J. C. Bravman, and W. D. Nix, "Measuring the Strength and Stiffness of Thin Film Materials by Mechanically Deflecting Cantilever Microbeams," *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **130** 87-92 (1989).