

◆특집◆ 구조물의 최적 설계 및 신뢰성 평가를 위한 재료 물성 측정 기술

마이크로/나노 크기의 기계적 물성 측정 기술

허용학\*, 박휘립\*\*, 이해무\*\*, 김동진\*\*, 박준협\*\*\*

Measurement Technology of Micro/Nano-scale Mechanical Properties

Yong-Hak Huh\*, Philip Park\*\*, Hae-Moo Lee\*\*, Dong-Jin Kim\*\* and Jun-Hyub Park\*\*\*

Key Words : Nano-structured Bulk Material(나노구조 체적 소재), Thin Film(박막), Mechanical Properties(기계적 성질), Micro-tensile test(마이크로 인장 시험)

1. 서론

M(N)EMS 와 나노 기술이 21 세기의 핵심 기술로 떠오름에 따라 많은 국가와 연구기관에서 이에 대한 개발 투자가 활발히 진행되고 있다. 이러한 기술에 연결되어 있는 나노 크기의 재료는 나노 결정 체적 소재(nanocrystalline bulk material)와 후박(thick film)과 박막(thin film)과 같은 막 소재(film material)로 개발되고 있어, 이들 소재에 대한 특성에 대한 관심이 많이 집중되고 있다.

나노 구조 체적 소재(nano-structured bulk material)에 대한 평가는 나노 입자(입자크기 100nm 이하)에 따른 특성의 변화가 기존 입자의 소재의 특성과 비교되어 분석되고 있다. 막 소재에서도 기존의 체적 소재의 물성과 비교되어지면서 막 소재의 공정에 따른 특성의 차이를 인정하고 있고, 이에 따라 이들 소재의 물성 특성을 이해하기 위한 연구가 활발히 진행되고 있다.

특히 막 소재가 가장 유용하게 응용되는 마이크로/나노 구조물(M(N)EMS; Micro(Nano)-Electro

Mechanical Systems)은 기존의 전기적, 물리적 특성에 근거한 기능에서 벗어나 기계적인 기능을 함께 포함하고 있다. 이에 따라 이들 구조물에 사용되는 소재는 물리적, 전기적, 화학적, 광학적, 기계적 특성이 포함된 환경 하에서 사용되어짐에 따라, 다양한 특성에 근거한 파손 기구 분석과 함께 신뢰성이 고려되어야 한다.

기계적 신뢰성을 고려한 나노/마이크로 구조물의 설계와 해석을 위해서는 이들 소재의 기계적 성질은 필수적으로 필요한 데이터이다. 그러나 이들 소재의 기계적 성질은 기존의 체적 소재에서 얻어진 성질과는 다른 값을 보이고 있으며, 특히 막 소재의 제작 공정의 발달에 따라 공정의 차이에 의한 소재의 물성의 차이를 가져오게 되었다. 이에 따라 이에 따라 공정에 따른 물성의 차이도 마이크로/나노 소재 분야에서 중요한 문제가 되며, 특히 이들 소재의 물성을 측정하는 기술은 더욱 이슈가 되고 있다.

마이크로/나노 크기의 소재에 대한 기계적 물성의 측정은 기존의 체적 소재에서 사용했던 표준 측정 기술의 적용 한계성으로 어려움을 겪고있다. 마이크로/나노 크기로 소형화됨에 따라 작은 크기의 시험편의 제작, 사용할 수 있는 시험기, 변형 측정 방법 그리고 표준 시험 조건 등의 제반 측정 기술의 새로운 연구 개발을 요구하고 있다. 그러나 1990 년 중반부터 나노나 마이크로 구조물의 설계, 해석, 사용되는 재료 특성에 관한 많은 연구

\* 한국표준과학연구원 환경안전계측센터 강도평가그룹

Tel. 042-868-5386, Fax. 042-868-5635

Email yhhuh@kriss.re.kr

마이크로/나노 기계적 특성 측정 기술, 재료 및 구조물 피로 강도 측정 및 평가에 관심을 갖고 있다.

\*\* 한국표준과학연구원 환경안전계측센터 강도평가그룹

\*\*\*동명정보대학교 로보트시스템 공학과

가 수행되어 비교적 많은 연구 결과가 발표되고 있으나, 아직 시험 및 데이터 처리 방법에 대해 표준화가 이루어 지지 않고 다.

본 논문에서는 현재까지 보고되고 활용할 수 있는 마이크로/나노 크기 소재의 기계적 물성 측정 기술에 대하여 소개한다. 마이크로/나노 크기 소재의 기계적 물성은 인장 물성과 파괴, 피로 물성 그리고 크리프 물성 등이 연구되고 있으나, 본 논문에서는 현재까지 가장 활발하게 진행되고 있는 인장 물성 측정 기술을 중심으로 소개를 하도록 한다. 또한 이들 물성 측정 기술과 함께 나노 입자 소재에 대한 물성의 경향을 함께 기술하였다.

## 2. 나노 구조 재료의 물성 특성

### 2.1 나노 구조 재료의 기계적 거동

마이크로/나노 구조물에 사용되는 나노 구조 재료의 기계적 성질에 대한 많은 데이터가 보고되지 않고 있으나, 이들 재료의 거동에 대하여 많은 관심을 가지고 있다. 현재까지 보고된 나노 구조 재료의 거동에 대한 동향을 요약하면 다음과 같다.

#### 2.1.1 탄성 계수

나노 구조 재료의 탄성 계수, E는 기존의 입자 크기를 가지고 있는 재료에 비하여 상당히 작을 수 있다. 이에 대한 다양한 근거들이 제안되고 있으나, 이는 나노 소재에 존재하는 공동이나 균열과 같은 외적인 결함과 관계 있는 것으로 보고되고 있다.<sup>1</sup> 그러나 일반적으로 나노 구조 재료의 고유한 탄성 계수는 입자크기가 5nm 이하정도까지 매우 작아질 때까지는 기존의 입자크기의 재료와 거의 같은 값을 가지는 것으로 기대하고 있다. 따라서 입자크기가 10nm 이상인 대부분의 나노 소재에서는 탄성계수의 값이 기존의 소재와 비교하여 크게 변하지 않을 것으로 보고 있다.

#### 2.1.2 경도 및 강도

기존의 입자 크기(1 $\mu$ m 이상)의 재료에서 경도와 강도는 Hall-Petch 효과로 관계되는 입자 크기(d)의 함수였다. 즉 경도와 강도는  $d^{-1/2}$ 에 비례한다. 입자크기가 나노 크기의 영역(100nm 이하)까지 감소하면 경도는 입자 크기의 감소에 따라 증가하였다. 그러나 6nm 이하의 입자크기를 가지는 나노 결정 박막에서는 기존의 Hall-Petch 효과와 반대되는 현

상을 보이기도 하였다. 이는 아주 작은 나노 크기 영역에서는 기존의 전이-변형의 관계가 명확하지 않음에 기인하고 있다고 보고 있다.

### 2.1.3 연성과 인성

입자크기는 기존의 입자크기(1 $\mu$ m 이상) 재료의 연성과 인성에 큰 영향을 끼치고 있다는 것은 잘 알려져 있다. 그러나 나노 재료에서 관찰된 강도와 경도의 큰 증가는 파괴 응력이 항복 강도보다 작고 감소된 연성을 보이고 있다. 기존의 입자크기에서 상당한 연성을 보이는 나노 결정 소재에서 30nm 이하의 입자 재료에서는 상당한 취성 거동을 보이기도 하였다.

## 2.2 M(N)EMS 용 소재의 물성

MEMS 구조물의 응용분야가 매우 다양하기 때문에 구조물을 만들기 위해서 사용되는 재료는 또한 매우 다양하다. 이러한 다른 재료는 다른 파손 기구를 가지고 있어 마이크로/나노 구조물의 신뢰성을 확보하기 위해서는 이들 재료에 대한 물성 정보는 매우 중요하다.

M(N)EMS 수준에서의 재료물성은 체적, 마이크로 크기의 소재에서 측정된 물성과 반듯이 같지 않다. 그 예로 체적 니켈(bulk nickel)의 탄성계수는 207GPa로 측정되었으나, 적층 공정과 마이크로 가공(micromachining) 기법에 의하여 제작된 니켈은 150에서 200GPa의 범위의 탄성 계수 값을 보이고 있다.<sup>3</sup> 일반적으로 결정학적 방향에 따라 그 물성을 설명하고 있으나, 단결정재료에서의 기계적 물성은 명확하게 잘 알려져 있다. 이에 반하여 다 결정 재료는 매우 다른 방식으로 거동하며 그 기계적인 특성은 공정 이력에 따라 매우 의존적이 되게 된다. 마이크로조직 특성을 포함하는 공정 이력은 재료의 물리적 기계적 성질에 매우 큰 영향을 끼치며, 공정과 성질의 관계에 대한 연구가 현재 진행되고 있다. Table 1은 현재 MEMS 구조에 사용되는 매우 다양한 소재 중 대표적인 소재의 일반적인 성질을 나타내고 있다.

## 3. 마이크로/나노 크기 물성 측정 기술

앞에서 언급한 바와 같이, MEMS 구조물에 있어서 기계적 신뢰성 문제를 설계 초기 단계에서

Table 1 Materials used for MEMS

		Property			Application
		Density (g/cm <sup>3</sup> )	Elastic Modulus (GPa)	Tensile Strength (MPa)	
Single Crystalline Silicon		2.32	130	3790	Pressure sensor, accelerometer, mirror, etc.
Polycrystalline silicon		-	140-210	2000-3000	Electrostatic motor, gyro, micro mirror, etc.
Silicon dioxide		2.65	66	69	Insulator, probe tip
Silicon carbide		2.55	100-450	-	
Silicon nitride		3.10	73	460	Prober tip, thermal insulator
Gallium arsenide		3.76	-	-	Semiconductor,
Metal	Aluminum	2.71	70	110	Micro mirror, structural support(MEMS)
	Gold	19.3	75	125	Electric conductor, intermediary layer
	copper	8.89	115	220	Thermal conductor, space MEMS
	Nickel	8.90	150-200	148	Turbine rotor, accelerometer, inkjet head

예측하기 위해서는 재료의 기계적 성질의 확보가 중요하다. M(N)EMS 구조물과 같은 마이크로/나노 구조물의 대부분은 막 재료와 같은 형태로 되어 있어 이들 재료의 물성은 구조물의 제작 공정에 의존한다. 이에 따라 마이크로/나노 크기의 시편으로 기계적 성질을 구하는 것이 요구된다.

이러한 마이크로/나노 크기에서 기계적 성질을 구하기 위해서는 시험편 제작, 시험기와 시험편의 연결(gripping), 하중인가와 측정, 변위 또는 변형을 측정 등의 실험적 문제의 해결이 요구된다. 이러한 마이크로/나노 크기에서 기계적 물성을 측정하기 위한 연구가 비교적 많이 수행되어 왔으며, 직접적으로 물성을 측정하는 방법과 간접적으로 측정하는 방법들이 제안되었다. Table 2 는 이러한 방법들 중의 대표적인 방법을 나타내며, 이들 각 방법에서 얻을 수 있는 기계적 성질과 실험적 장단점을 나타낸다.

마이크로/나노 크기의 시험편에서 인장 물성을 얻기 위해서는 응력-변형률의 곡선을 결정해야 한다. 이 곡선을 얻기 위해서는 인장 시험 동안의 변형률을 측정해야 하며, 이는 시험편의 기하학적 제한성으로 그리 쉬운 일은 아니다. 이러한 변형은 원자 현미경(Atomic Force Microscope)<sup>4</sup>, 디지털 화상 상관법(DIC)<sup>5</sup>, ISDG(Interferometric Strain/

Displacement Gage)<sup>6</sup>, ESPI<sup>7</sup> 등과 같은 다양한 비접촉식 방법이 사용되고 있다. 이러한 변형률의 측정 기법은 하중의 직접 인장(direct tension)와 대체 인장(alternative tension)에 의한 부하 방식과 함께 사용되어 인장 물성을 측정하고 있다. 본 논문에서는 이러한 인장 물성 측정 기술을 시험편 제작 기술과 함께 기술한다.

### 3.1 시험편 제작 기술

MEMS 구조물의 제작에는 전자-기계-광-재료-화학 분야 등의 다학제적 특성을 이용하여 이루어지고 있다. MEMS 공정 기술은 실리콘으로 기반으로 한 반도체 공정 기술의 응용으로부터 시작되었으나, 다양한 재료의 특성상 구조물의 기하학적 구조와 특성상 MEMS 구조물을 제조하기 위한 공정 기술은 상대적으로 다양하다.

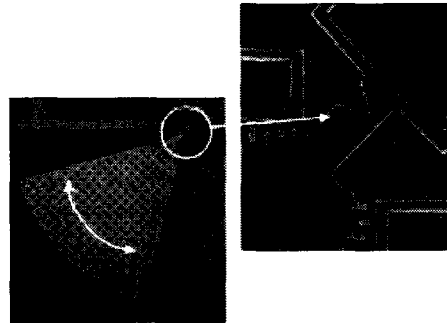
대표적인 반도체 공정 기술인 실리콘 기판 위에 형성된 구조층을 가공하는 표면 가공(surface micromachining) 기술은 희생층(sacrificial layer)과 구조층을 증착한 후, 형상을 패터닝 한 후 하부에 있는 희생층을 제거하여 상부의 구조층이 떠있거나 움직임을 갖도록 하는 것으로서, 식각 특성이나 선택성, 기계적 성질들을 고려하여 희생층으로는 산화막을, 구조층으로는 다결정 실리콘 막이

Table 2 Comparison of measurement techniques of mechanical properties in micro/nano materials

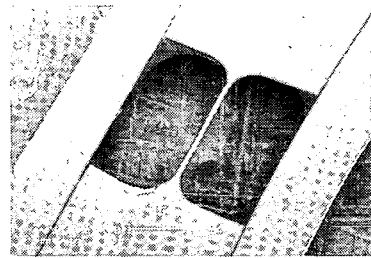
Test Method	Measurable Properties	Advantage	Disadvantage
Micro-tensile test	- Elastic Modulus - Yielding, tensile strength - Poisson Ratio	- Direct Measurement - Easy interpretation	- difficult in specimen preparation - difficult in micro(nano) deformation measurement
Bending test	- Elastic Modulus - Yielding strength	- Easy interpretation - simple in system	- difficult in specimen preparation - sensitivity in specimen geometry
Resonant frequency	- Elastic modulus	- no mechanical contact to the specimen	- need in modeling boundary condition - effect in environment
Bulge test	- Elastic modulus - biaxial elastic and plastic properties	- insensitivity to edge effects	- difficult in specimen preparation - complicated interpretation
Nano-indentation test	- hardness - elastic modulus - yield strength	- simple specimen preparation - in-situ measurement	- complicated interpretation including substrate effect

많이 사용되고 있다. 그리고 기판 자체를 가공하는 몸체 가공(bulk micromachining) 기술 또한 MEMS 공정에 많이 사용된다. 몸체 가공 기술은 단결정 실리콘 웨이퍼를 습식 또는 건식으로 식각하는 기술이다. 습식 식각(wet etching) 기술은 단결정 실리콘 웨이퍼의 결정성을 이용하여 등방으로 또는 이방으로 웨이퍼를 가공할 수 있다. 이밖에도, 동종 혹은 이종 기판의 접합(wafer bonding), 3차원 구조체를 몰딩으로 만드는 LIGA 기술이나 밀리 머신닝으로 일컬어 지는 초 정밀 기계 가공 기술, 마이크로 수준의 조립이나 실장 등이 있다.

일반적으로 마이크로/나노 소재의 마이크로/나노 크기의 시험에 사용되는 시험편의 제작은 이들 구조물에 사용되는 소재의 물성 측정에서 매우 중요한 부분을 차지하고 있다. 이러한 시험을 제작하기위해서는 위에서 언급한 M(N)EMS 구조물 제작 기술을 활용하여 제작하고 있으며, MEMS 구조체에 연결된 시험 편을 제작하거나 시험편의 형상을 만들어 제작하는 방법을 사용하고 있다. Fig. 1(a)는 MEMS 구조물의 구동과 함께 시험이 가능하게 한 시험 체를 나타내고, Fig. 1(b)는 광학 리소그라피(photolithography)와 습식 식각 기술 등을 이용하여 한국표준과학연구원에서 제작된 시험 편을 나타낸다.



(a) Fatigue specimen prepared in MEMS structure



(b) Tensile specimen prepared by MEMS process in KRISS

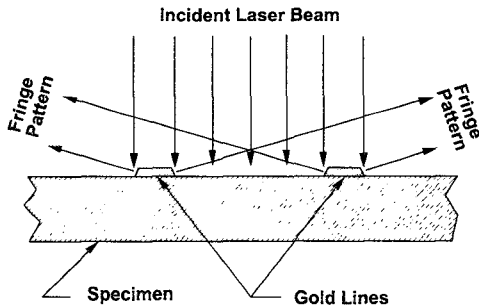
Fig. 1 Typical test specimens for measurement of micro/nano mechanical properties

### 3.2 직접 인장 시험 (direct tensile test)

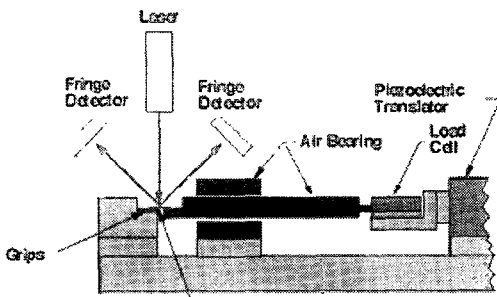
마이크로/나노 시험 편에 인장 하중을 직접 부하하기 위해서 비교적 다양한 방법이 사용되었다. chasiotis 등<sup>4</sup>은 AFM 을 이용하여 하중을 부하하여 이미지 해석 법에 의하여 변형을 측정하였고, Tsuchiya 등<sup>8</sup>은 SEM 내에서 인장 프루브(probe)로 부하하여 광학 엔코더로 변형을 측정하였다. Sharpe<sup>6</sup>는 ISDG 법을 이용하여 직접 제작한 인장 시험기로 변형과 응력을 가하였고, Huh 등<sup>7</sup>도 자체 제작한 인장 시험기로 부하하고 ESPI 로 변형을 측정하였다.

Fig. 2 은 Sharpe 에 의하여 사용되는 인장 시험 시스템을 나타낸다. 하중은 압전 구동체 (piezoelectirc actuator)로 구동 되고 Fig. 2 (a)와 같이 인장 변형은 시험 편에 표점거리가 되는 작은 표시(markers)에 의하여 레이저의 간섭이 일어나게 하는 ISDG(Interferometric Strain/ Displacement Gage)에 의하여 측정되게 한다.

Fig. 3 은 Huh<sup>7</sup>가 사용하는 인장 시스템으로,



(a) Principle of ISDG



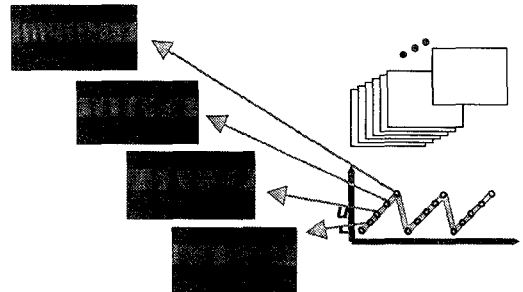
(b) Tensile test system

Fig. 2 Direct Tensile testing system using ISDG technique(U. of Johns Hopkins)

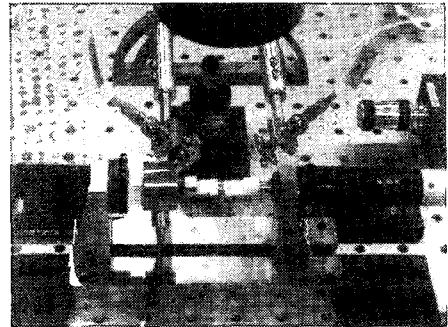
선형 모터 구동체에 의하여 인장 하중이 부가되고 인장 시험편의 변형은 마이크로 ESPI(Electronic Speckle Pattern Interferometry)로 측정한다. 마이크로 ESPI 기술로는 시험편의 표면 스페클 정보를 레이저 간섭에 의한 상대 변형을 측정하며, Fig. 3(a)와 같은 연속적인 변형 측정법을 개발하여 인장 시험 동안의 변형을 연속적으로 측정하게 되어 있다.

### 3.3 대체 인장 시험 (Alternative tensile test)

시험편의 제작 및 인장 하중 부하 및 변형 측정의 어려움을 가지고 있는 직접 인장 방법을 대체하여 상대적으로 쉬운 방법들이 제안되었다. 일반적으로 시험편 제작 등이 비교적 용이한 마이크로 빔으로 제작되어 나노 매뉴플레이터 혹은 나노 인텐터등으로 부하하는 마이크로 굽힘으로 부터 인장 물성을 얻거나, Sato 등<sup>9</sup>은 Fig. 4 와 같은 비틀림 바와 부하 레버로 구조화된 시스템에서 부하 레버의 부하는 비틀림 바를 중심으로 레버가 회전하게 되어 시험편에 인장 응력이 작용하도록

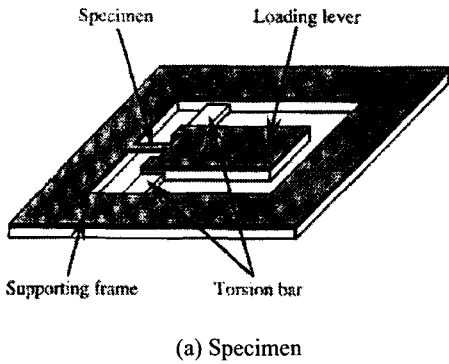


(a) Subsequent Strain Measurement by ESPI

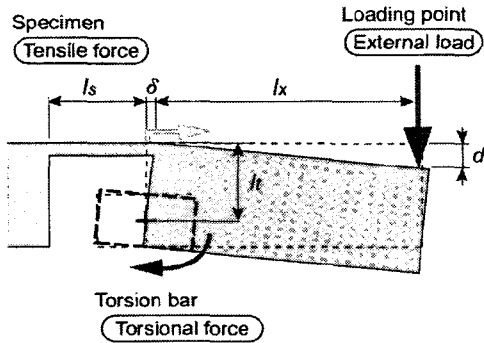


(b) Tensile test system

Fig. 3 Direct Tensile testing system using micro-ESPI technique(KRISS)



(a) Specimen



(b) Tensile loading mechanism

Fig. 4 On-Chip tensile testing system

하는 방법을 사용하였다. 또한 최근 Espinosa<sup>10</sup> 는 Fig. 5 와 같은 막 인장 시험기법을 제안하였다. Fig. 5 에서 보여준 시험편의 중앙에 나노 압입자 (Nano-indenter)나 AFM 으로 부하하여 양쪽 시험편에 인장 응력이 작용하게 하며 이때의 변형을 백색광 간섭으로 측정하여 인장 물성을 측정한다.

#### 4. 결론

마이크로/나노 구조물의 최적 설계 및 신뢰성을 위한 마이크로/나노 기계적 물성 측정 기술은 매우 다양한 기법으로 개발되고 있다. 시험편 제작, 시험기와 시험편의 연결(gripping), 하중인가와 측정, 변위 또는 변형을 측정 등의 실험적 어려움은 국내외 측정 기술의 개발로 극복되고 있으며,

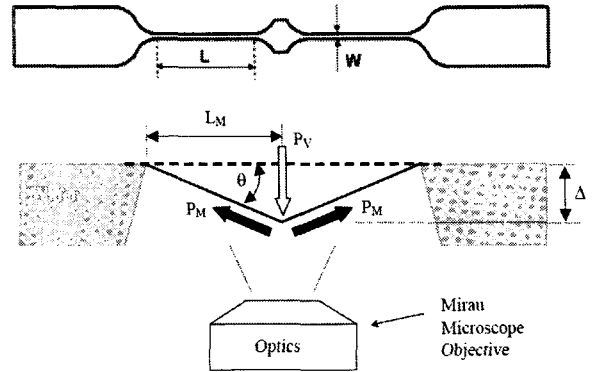


Fig. 5 Membrane tensile testing system

더 작은 크기로 신뢰성있는 측정 기술로 도전되고 있다. 한국표준연구원에서도 이러한 마이크로/나노 인장 물성의 변형 측정을 위한 측정 기법을 개발하여 박막 재료의 물성 측정을 수행하고 있으며, 이에 대한 측정 해상도 향상 연구를 진행하고 있다. 이러한 측정 기술은 나노 기술의 기반 인프라의 확충을 가져오게 되며, 이 분야의 나노 측정 표준의 기반을 구축하는데 기여하게 될 것이다.

#### 후 기

본 연구는 21 세기 프론티어 연구개발사업인 나노소재 개발 사업단과 한국표준과학연구원의 지원에 의해 수행되었습니다.

#### 참고문헌

1. Krstic, V., Erb, U. and Palumbo, G., "Effect of Porosity on Young Modulus of Nanocrystalline Materials," Vol. 29, pp. 1501-1504, 1993.
2. Siegel, R.W. and Fougero, G.E., in Nanophase Materials, Kluwer Acad. Publ. 1994.
3. Cho, H.S., Dirras, G., Babcock, W.G., Last, H. and Hemker, K.J., "Tensile Properties of LIGA Ni Structures for a Fusing/Safety and Arming Device," Journal of Microsystem Technologies, 2003.
4. Chasiotis, I. and Knauss, W.G., "A New Microtensile

Tester for the Study of MEMS Materials with the Aid of Atomic Force Microscopy,” *Experimental Mechanics*, Vol. 42, pp. 51-57, 2002.

5. Sutton, M.A., Wolters, W.J., Peters, W.H., Ranson, W.F., McNeil, S.R., “Determination of Displacements Using an Improved Digital Image Correlation Method,” *Image Vision Computing*, Vol. 1, pp. 133-139, 1983.
6. Sharpe, W.N. Jr., Yuan, B., Vaidyanathan, R., Edwards, R.L., “New Test Structures and Techniques for Measurement of Mechanical Properties of MEMS Materials,” *Proceedings of the SPIE Symposium on Microlithography and Metrology in Micromachining II*, pp. 78-91, 1996.
7. Huh, Y.-H., Kim, D.I., Yoon, K.J., Kim, K., Oh, C.-S., “Measurement of Micro-Tensile Properties using ESPI technique,” *J. of the KSPE*, Vol. 18, pp. 90-97, 2001.
8. Tsuchiya T., Tabato O., Sakata J. and Taga Y., “Specimen Size Effect on Tensile Strength of Surface micromachined Polycrystalline Silicon Thin Films,” *J. Microelectromech. Syst.*, Vol. 7, pp. 106-113, 1998.
9. Sato K., Shikida M., Yoshoka T., Ando T. and Kawabata T., “Micro Tensile Test of Silicon Film having Different Crystallographic Orientations,” *Proc. Int. Conf. Solid-State Sensors and Actuators*, Chicago, pp. 595-598, 1996.
10. Espinosa H.D. and Prorok B.C., “A Novel Experimental Technique for Testing Thin Films and MEMS Materials,” *Proc. of the SEM Annual Conf. On Exp. And Applied Mech.*, Portland, pp. 446-449, 2001.