

◆특집◆ 나노 광소자 응용 및 평가기술

ISDG를 이용한 박막의 인장시험 장치 개발 및 물성 평가

한승우*, 이상주*, 오충석**, 안현균**, 좌성훈***, 이학주*

Application of Tensile Tester for Thin Film Using ISDG

Seung Woo Han*, Sang Joo Lee*, Chung Seog Oh**, Hyun Gyun Ahn**, Sung-Hoon Choa***, Hak Joo Lee*

Key Words : ISDG(Interferometric Strain/Displacement Gage), Thin film (박막), Mechanical properties (기계적 물성), Young's modulus (탄성계수), Yield strength (항복강도), Tensile strength (인장강도)

1. 서론

나노 구조물을 이용하여 새로운 제품을 제조하기 위해서는 나노 구조물의 여러 가지 물성들이 파악되어야 한다. 이러한 물성들은 반복성(repeatability)을 가지고 측정되어야 하며, 측정결과는 제품의 설계 및 성능 예측에 활용될 수 있어야 한다. 나노 구조물의 물성은 기존의 거대 구조물 물성 측정 방법으로는 측정할 수 없는 경우가 대부분이다. 일례로 탄소 나노 튜브를 인장 시험하여 그 기계적 물성을 측정하는 경우, 기존의 거대 구조물용 인장 시험기는 무용지물이다. 2000 년 Science 지에는 다중벽 탄소 나노 튜브의 인장시험 결과가 발표된 바가 있는데, 나노 구조물의 물성 측정은 그 물성의 활용성뿐만 아니라 그 측정 방법만으로도 기술적인 가치를 인정받고 있다.¹

나노 기술을 이용한 제품 개발 및 나노 구조물 제조 공정 개발 시에는 나노 구조물의 물성에 대한 정확한 이해가 필요하다. 같은 재료라도 거대 구조물일 때의 물성과 나노 구조물일 때의 물

성은 차이가 있으므로, 실제 공정 및 제품에 사용되는 구조물의 크기와 같은 크기를 가지는 시편을 제조하여 그 물성을 측정할 필요가 있다. 본 과제에서 다루고 있는 나노 구조물의 기계적인 물성은, 나노 공정 및 나노 기술을 적용한 제품의 신뢰성 문제와 깊은 연관이 있으며, 부품(component)이 기계적인 운동을 포함할 때에는 더욱 중요한 역할을 하게 된다. 현재 나노 구조물의 기계적인 물성을 측정하는 기술은 개발 초기 단계에 있으며, 다양한 아이디어를 적용한 측정 기술들이 발표되고 있다.

2. 나노 인장 시험 기술

인장 시험은 새로운 소재나 새로운 시험 방법이 개발되었을 때에 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 구성방정식(constitutive equation)을 결정하는 데에 필요한 응력-변형률 곡선을 직접적으로 얻을 수 있다. 나노 인장시험에 관하여는 Johns Hopkins 대학의 Sharpe 교수 그룹을 중심으로 활발하게 연구되어 왔다.² Sharpe 그룹은 ISDG(Interferometric Strain/Displacement Gage)를 이용한 마이크로 소재의 변형률 측정에 강점을 가지고 있고, 마이크로 인장 시험을 이용하여 다양

* 한국기계연구원 나노공정장비연구센터

Tel. 042-868-7426, Fax. 042-868-7884

Email. swhan@kimm.re.kr

재료 물성 측정 특히, 나노/마이크로 소재의 기계적 물성 측정 및 측정방법 개발 분야에 관심을 두고 연구활동을 하고 있다.

** 금오공과대학교 기계공학과

*** 삼성종합기술원 Display Lab

한 재료들의 인장 물성을 측정하여 발표하였다.³ 또한 Harque 와 Saif 는 MEMS 하중계(load cell)를 이용하여 30nm 두께까지의 알루미늄 시편에 대한 인장실험을 통하여 주목할만한 결과를 주고있다.^{4, 5}

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 로드 셀을 이용한 방법이 널리 사용되고 있으며, 나노 인장 시험에서는 AFM cantilever 의 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 방법을 적용할 수가 없고 비접촉식 변위/변형률 측정 방법을 적용해야 한다. 현재 나노 인장 시험에서 많이 사용되는 방법은 ISDG 이며,⁶ 이외에도 ESPI (Electronic Speckle Pattern Interferometry), DIC (Digital Image Correlation), E-beam Moire, 마이크로 버니어 등의 방법이 이용되고 있다.

인장 시편은, 그 길이 방향으로 하중 및 변위가 발생하도록 인장 시험기에 정렬되어야 한다. 마이크로 또는 나노 인장 시편은 그 크기가 너무 작아서 시험기 상에서 조작하기가 어렵다. 보통 마이크로 조작기 (micro-manipulator)와 현미경을 이용하여 시편이 시험기 내에서 올바른 위치를 가지도록 한다. 또 한 가지 난제는, 시편을 인장 시험기 상의 적절한 위치에 정렬시키면서 그림에 부착하는 것인데, 현재 UV 경화성 접착제를 이용하여 부착하는 방법이 많이 사용된다.

3. 나노 인장 시험기

3.1 ISDG (Interferometric Strain/Displacement Gage)

ISDG 는 2 중 슬릿의 간섭 현상에 기초를 두고 있다. 2 개의 라인에서 각각 회절 된 레이저 빔이 이루는 간섭무늬는 다음과 같은 관계식을 통하여 라인 간의 거리 변화(δd)로 환산된다.⁶

$$\delta d = \frac{\delta m_1 + \delta m_2}{2} \frac{\lambda}{\sin \theta_0} \quad (1)$$

여기서 δm_1 과 δm_2 는 photodiode array 1 과 2 에서의 간섭무늬 차수 변화이고, λ 은 광원으로 사용된 레이저의 파장, θ_0 는 시편의 수직방향과 시편에서 photodiode array 로 향하는 방향 사이의 각도이다. 만일 2 개의 라인 사이의 간격(d)를 알고 있다면, 변형률은 $\delta d/d$ 로 표현할 수 있다. 본 연구에서 사용된 2 개의 라인은 FIB 를 이용하여 platinum 을 증착함으로써 얻어졌다. 라인 하나의 폭과 두께는 각각 10 μm , 0.5 μm 이며, 두 라인 사이의 간격은 230 에서 250 μm 이다. 두 개의 라인으로부터 형성된 간섭무늬를 photodiode array 에서 검출함으로써 인장 시험 중에 발생하는 변형률을 실시간으로 측정 할 수 있다.

본 연구에서는 일반적으로 사용되는 He-Ne 레이저에 비해 파장이 짧아서 정밀도의 향상을 기대할 수 있는 Green 레이저를 이용하였으며, 간섭무늬 검출에는 Photo Sensitive Device 를 채택하여 응답시간을 줄였으며, 신호처리 부분을 디지털화하여서 측정정밀도를 약 5 nm 정도까지 향상시킬 수 있었다.

3.2 나노 인장 시험기와 시험 절차

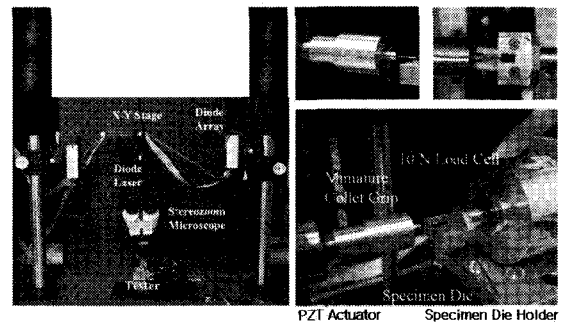


Fig. 1 Nano tensile tester using ISDG

나노 인장 시험기는 Fig. 1 에 나타나 있다.⁷ 구동기(actuator)로는 180 μm 의 stroke 를 가지는 압전형 구동기를 사용하였고, 시편 고정을 위하여 0.25 mm 지름의 바늘이 삽입된 소형 collet 그림을 이용하였다. 시편 정렬을 위하여 xy 축과 z 축 정밀 이송 스테이지와 회전형 스테이지를 장착하였다. 시편이 포함된 실리콘 웨이퍼 조각을 그림과 같이 시편 홀더 (holder)에 접촉한다. 현미경으로 관찰하면서, 시편을 미세하게 이동 또는 회전하여 시편

의 게이지 영역 (gage section)을 바늘의 길이방향에 정렬하였고, UV 경화 접착제를 이용하여 정렬된 시편을 바늘에 고정하였다. 인장 시험 중에 발생하는 하중은 10N 용량의 로드 셀을 이용하여 측정하고, 변위 및 변형률은 ISDG 를 이용하여 측정하였다. 사용된 레이저 빔은 532 nm 의 파장을 가지는 Green 레이저이며, 포토다이오드 배열 (photodiode array)은 1024 개의 셀 (cell)을 가지는 것을 사용하였다.

3.3 시편 제작

본 그룹에서는 Sharpe⁸ 등이 사용한 폴리 실리콘 (poly silicon) 인장 시편과 유사하게 Fig. 2 와 같은 시편을 제작하였다.

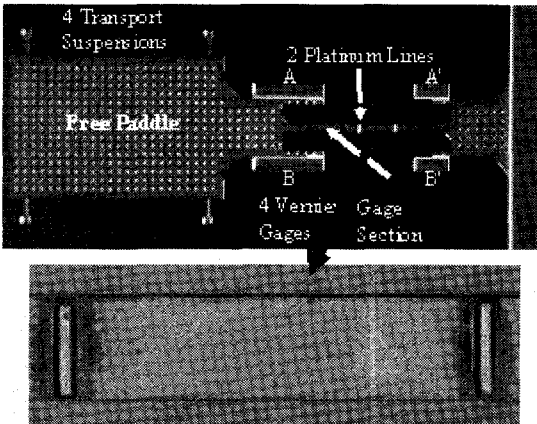


Fig. 2 Polysilicon specimen using MEMS process

이 시편의 gage section 길이는 1 mm, 두께는 3.5 μm , 폭은 50 μm 이다. 시편의 오른쪽 끝은 실리콘 모재에 고정되어 있으며, 왼쪽 끝에는 4 개의 suspension 에 의해 지지되는 free paddle 이 있다. 이 free paddle 은 나중에 시험기에 접착제로 고정될 부분이며, 한 변이 5 μm 인 etch hole 이 있어서 에칭 공정에 의해 실리콘 모재로부터 완전히 분리된 상태이다. ISDG 를 이용하여 변위 및 변형률을 측정하기 위하여 gage section 에 2 개의 platinum 선을 FIB (Focused Ion Beam)로 형성하였다. 또한 gage section 주변에 4 개의 Vernier 를 형성하여 별도의 변형 측정을 가능하도록 하였다. 이 폴리 실리콘 마이크로 인장 시편은 미국의 MEMScAP 을 통하여 제작되었다.⁹ 또한 이와 유사한 공정을 통

하여 SiN, Au(sputtering), Au(e-beam) 시편을 삼성 종합 기술원(SAIT)과 함께 제작하여 실험하였다.

4. 나노 인장 시험 결과

4.1 Poly silicon 시편

앞서 기술된 폴리 실리콘 시편과 ISDG 인장 시험기를 이용하여 폴리 실리콘의 응력-변형률 관계를 Fig. 3 과 같이 측정할 수 있었다.⁷ 그림에서 나타난 두 곡선은 비슷한 기울기를 가지며 일정 거리만큼 떨어져 있다. 곡선의 기울기는 재료의 탄성계수에 해당하고, 변형률이 작을 때에 나타나는 비선형적 거동은 시편의 정렬이 완전하지 못하여 발생하는 것으로 판단된다. 이 그래프에서 탄성계수를 구하면 162 GPa 이 얻어진다.

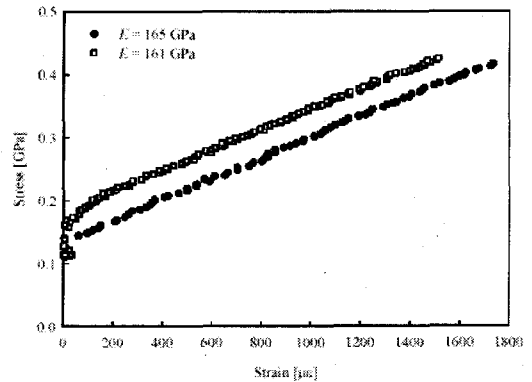


Fig. 3 Stress-strain curve for polysilicon film

4.2 SiN 시편

Table 1 과 Fig. 4 는 SiN 소재의 인장시험 결과를 보여준다. Fig. 4 의 응력-변형률 선도에서 폭이 0.5mm 와 5mm 인 두 개의 시험편에 대한 시험결과를 보면 데이터의 흠어짐이 있음을 알 수 있다. Table 1 에서 보듯이 SiN 박막소재의 탄성계수는 약 70.67 Mpa, 인장강도는 225.67 MPa 로 나타났다.

Table 1 Summary of SiN tensile test results

Material_ID	Deposition	Thickness(nm)	E(GPa)	Sts(MPa)
SiN_33	PECVD	1200	67	220
SiN_43	PECVD	1200	88	252
SiN_50	PECVD	1200	57	205
Average			70.67	225.67
SD			15.82	24.01
COV(%)			22.39	10.64

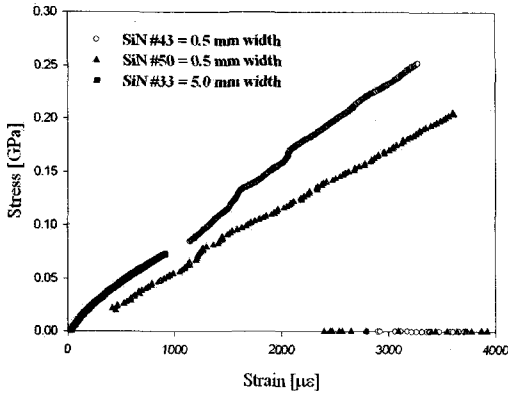


Fig. 4 Stress-strain curve for SiN film

4.3 Au(sputtering) 시편

Table 2 와 Fig. 5 는 Au 소재의 인장시험 결과를 보여준다. Fig. 5 에서는 약 160MPa 에서 항복이 발생하는 것을 볼 수 있다. 또한 Table 2 에서 보듯이 Au 박막소재의 탄성계수는 약 57.9 MPa, 인장강도는 417.6 MPa 로 나타났다.

Table 2 Summary of Au tensile test results

Material_ID	Deposition	Thickness(nm)	E(GPa)	Sts(MPa)
Au_1	Sputter	1000	66.1	NA
Au_2	Sputter	1000	47.5	NA
Au_3	Sputter	1000	60.1	NA
Au_4	Sputter	1000	NA	417.6
Average			57.90	417.60
SD			9.49	

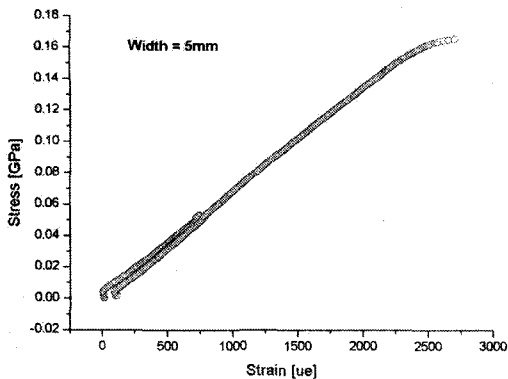


Fig. 5 Stress-strain curve for Au(sputtering) film

4.4 Au(e-beam) 시편

E-beam 공정에 의해 제작된 Au 시편에 대하여

ISDG 의 간섭무늬가 잘 형성되지 않아서 FEM 해석을 이용하여 변형률을 계산하였다. 이때 스트로크(stroke)는 나노 스테이지(Nano-Stage)를 이용하여 부과하였으며, 인장속도는 0.02 um/pluse 로 하였다. 시험 시 탄성구간 0.004 N 이하 하중에서 5 회 가중-제하(loading-unloading) 를 반복하여 탄성계수를 측정 한 후 인장강도 평가를 하였고, 항복강도는 0.2 % offset 방법을 채택하였다.

Fig. 6 은 스트로크와 변형률과의 관계를 구하기 위하여 수행된 FEA 결과이며, 이를 통해 구해진 식(2)를 이용하여 변형률을 계산하게 된다.

Fig. 7 ~ Fig. 8 는 인장시험 결과를 보여준다. 두께가 500, 1000 nm 인 두 가지 Au 인장시편의 시험 결과는 거의 유사하며, 탄성계수는 약 35MPa, 인장강도는 약 0.25MPa 로 나타났다. 같은 Au 소재의 결과인 Table 2 와 비교해보면 시편 두께가 1000nm 로 같은 경우에도 공정에 따라 인장물성이 달라짐을 알 수 있다.

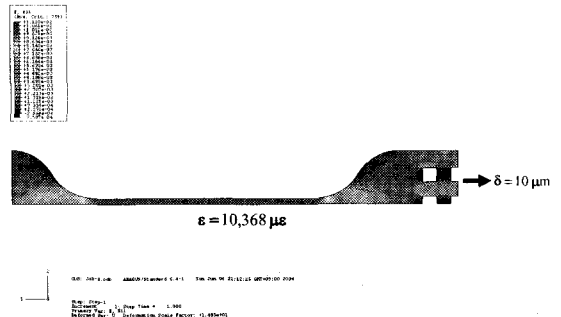


Fig. 6 Finite element analysis of Au tensile specimen

$$\epsilon = \frac{10368[\mu\epsilon] \times \delta[\mu m]}{10[\mu m]} = 1036.8\delta \quad (2)$$

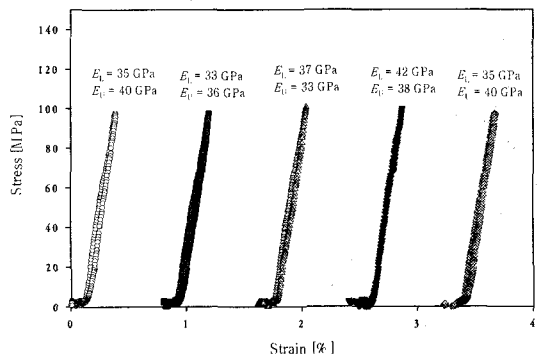


Fig. 7 Loading and unloading curves of Au films

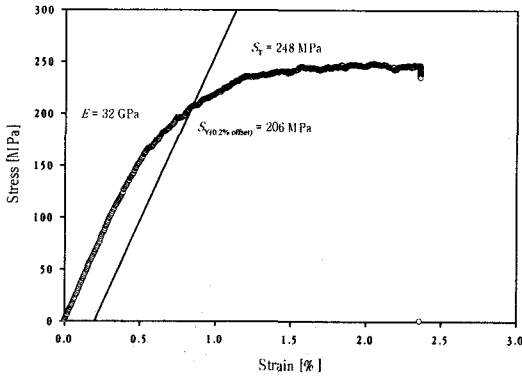


Fig. 8 Stress-strain curve for Au(e-beam) film

Table 3 Summary of Au tensile test results

Material_ID	Deposition	Thickness(nm)	E(GPa)	Sts(MPa)
Au	E-beam	1000	35.34	0.25
Au	E-beam	500	35.91	0.25

5. 결론

본 연구에서는 나노스케일 박막의 인장 시험 시 비접촉식으로 변형률(Strain)을 측정할 수 있는 분해능 5 ~20 nm의 비접촉식 변위/변형률 측정 장치(ISDG: Interferometric Strain/Displacement Gage)를 개발하였다. ISDG는 빛의 이중 슬릿 간섭 현상을 이용하여 비접촉식으로 변위를 측정하는 장치로, 박막의 물성 측정뿐 아니라 고온 환경 등 다양한 분야에 활용이 가능하다.

이러한 물성 측정 기술 개발은 그 자체로서 기술적·학술적 가치를 가질 뿐만 아니라 측정 장비 상용화를 통하여 부가가치 창출에 기여할 수 있을 것이다. 또한 NEMS/MEMS 공정 개발에 적용되어 나노/마이크로 구조물의 대량 생산 및 신뢰성 확보, 기계적 거동 예측 등에 기여하게 될 것이다.

Fig. 9는 박막 물성 측정 기술의 역할과 추후 연구 방향을 보여 준다.¹⁰ 시편 제작, 시험 장치 및 시험 방법을 개발하여 물성 측정 기술 표준화를 추진하고, 표준화된 방법으로 시험을 수행하여 신뢰성 있는 박막 물성 데이터베이스를 구축한다. 측정 또는 구축된 데이터는 구조물의 재료설계 및 형상 설계에 이용되며, 나아가 공정조건 결정 및 구조물의 성능 예측, 신뢰성 평가에 이용되어 미세 구조물의 신뢰성 향상, 나아가 미세 구조물의

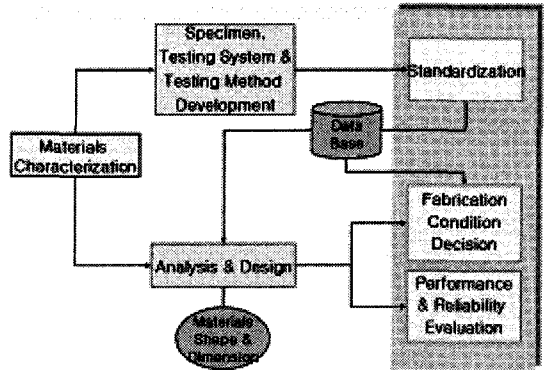


Fig. 9 The role and future study of measurement techniques for thin film properties

상업화에 크게 기여할 수 있을 것으로 사료된다.

후 기

본 연구는 21세기 프론티어 연구개발사업인 나노메카트로닉스 기술개발사업단의 연구비 지원(05-K14-01-013-1-0)에 의해 수행되었습니다.

참고문헌

1. Yu, M.F., Lourie, O., Dyer, M.J., Moloni, K., Kelly, T.F., Ruoff, R.S., "Strength and Breaking Mechanism of Multiwalled Carbon Nanotubes under Tensile Load," Science, Vol. 287, pp. 637 - 640, 2000.
2. Gad-el-Hak, M. Eds. "The MEMS Handbook," CRC Press, USA, 2002.
3. Sharpe, W.N., Turner, K.T. and Edwards, R.L., "Tensile testing of polysilicon," Experimental Mechanics, Vol. 39, pp. 161-169, 1999.
4. Haque, M.A. and Saif, M.T.A., "Application of MEMS force sensors for in situ mechanical characterization of nano-scale thin films in SEM and TEM," Sensors and Actuators, Vol. A97-98, pp. 239-245, 2002.
5. Haque, M.A. and Saif, M.T.A., "Mechanical behavior of 30-50 nm thick aluminum films under uniaxial tension," Scripta Materialia, Vol. 47, pp. 863-867, 2002.

6. Sharper, W.N., " An interferometric strain displacement measurement system, " NASA Technical Memorandum 101638, 1989.
7. Oh, C.S., Lee, H.J., Ko, S.G., Kim, S.W., Ahn, H.G., "Comparison of the Young's modulus of polysilicon film by tensile testing and nanoindentation," Sensors and Actuators A: Physical, Vol. 117, No. 1, pp. 151-158, 2005.
8. Sharpe, W.N. Jr., " Measurements of Young's modulus, Poisson's ratio, and tensile strength of polysilicon," in Proc. MEMS 97 - Tenth IEEE International Workshop on Microelectromechanical Systems, Nagoya, Japan, pp. 424-429, 1997.
9. Koester, D. A., Cowen, A., Mahadevan, R. and Hardy, B., "PolyMUMPs Design Handbook," rev. 9.0, July 2003.
10. Lee, H.J., Kim, J.H., Oh, C.S., Hur, S., Han, S. W. and Choi, B. -I., "Characterization of Mechanical Behaviors of Nanopatterning Materials," 2004 Gordon Research Conference (GRC) on Thin Film & Small Scale Mechanical Behavior, July 18-23, ME, USA, 2004.