

나노 인장시험을 위한 압축 시험기용 인장시편 제작에 관한 연구

Fabrication of Nano-Size Specimens for Tensile Test Employing Nano-Indentation Device

임태우^{1,2,✉}, 양동열¹
Tae Woo Lim^{1,2,✉} and Dong-Yol Yang¹

¹ 한국과학기술원 기계공학과 (Department of Mechanical Engineering, Korea Advanced Institute of Science and Technology)
² 삼성디스플레이 디스플레이연구소 (Institute of Display Research, Samsung Display)
✉ Corresponding author: twalways.lim@gmail.com, Tel: +82-42-350-3254

Manuscript received: 2015.7.29. / Revised: 2015.9.16. / Accepted: 2015.9.23.

In the nano/micro scale, material properties are dependent on the size-scale of a structure. However, conventional micro-scale tensile tests have limitations to obtain reliable values of nano-scale material properties owing to residual stress and elastic slippage in the gripping/aligning process. The indenter-driven nano-scale tensile test provides prominent advantages simple testing device, high-quality nano-scale metallic specimen with negligible residual stress. In this paper, two-types of specimens (a specimen with multi-testing parts and a specimen with a single-testing part) are discussed. Focused ion beam (FIB) is employed to fabricate a nano-scale specimen from a thin nickel film. Using the specimen with a single-testing part, we obtained a nano-scale stress-strain curve of electroplated nickel film.

KEYWORDS: Nano-scale tensile test (나노인장시험), Focused ion beam (집속 이온빔), Thin film (박막)

1. 서론

반도체, 디스플레이, 바이오칩 등의 나노마이크로 소자 제작을 위한 대부분의 공정은 스핀코팅 (spincoating), 화학적 증착 (CVD), 물리적 증착 (PVD), 전기도금 (electroplating) 등의 박막 제작공정에 기반을 두고 있다. 이러한 제작 공정들은 매크로 (macro) 크기의 구조물을 제작하는 기존의 공정과는 달리, 특수한 압력, 온도 등의 제작조건에 따라 전위 (dislocation), 공극 (pore) 등에 있어 특이한 내부구조를 갖게되어 기존의 매크로 크기의 구조물과는 다른 기계적 특성을 가지게 된다.¹⁻⁴ 한편, 나노/마이크로 크기에서는 시편의 크기에 따라

기계적 성질이 달라지는 size-scale effect 가 나타나게 된다.⁵⁻⁹ 즉, 수십 μm 크기 이하의 재료의 물성을 얻기 위해서는 같은 크기의 시편을 제작하여 측정해야만 그 재료의 물성을 정확히 정의할 수 있다. 이로 인해, 다양한 나노/마이크로 재료에 대한 물성 평가 기술이 개발되어 왔으며, 그 중에서 나노인덴테이션 (nano-indentation), 마이크로 인장 시험법 (micro-tensile test) 등이 주로 사용되고 있다.

나노인덴테이션은 끝이 뾰족한 팁 형상으로 박막을 누르는 방법으로서, 특별한 시편 제작과정 없이 다양한 박막 재료에 대하여 탄성계수, 경도 등의 물성을 얻는데 유리한 방법이다.¹⁰ 항복강도, 인장강도 등 보다 다양한 기계적 물성을 얻기 위

해서는 마이크로 인장 시험법이 유리하다.¹¹⁻¹³ 이 방법의 경우 측정하고자 하는 박막 재료를 패터닝 공정 등을 통하여 시편형상으로 패터닝 하여 측정하게 된다. 이때, 시편과 시험기와의 고정(aligning/gripping) 시 시편부에 잔류응력이 가해지지 않도록 하는 것이 매우 중요하다. 특히, 나노 단위의 시편에 대해서는 잔류응력이 없는 정밀 시편 제작이 어렵고, 시험기와의 정렬 과정에서 발생하는 미세 잔류응력으로 인한 오차를 줄이기 위한 측정방법이 요구되고 있다. 최근 이를 개선하기 위한 방법 중 하나로 나노 인덴터를 이용한 인장시험법이 제시된 바 있다.¹⁴

본 연구에서는 시편과 시험기와의 Gripping 과정이 과정이 필요없는 새로운 개념의 나노 인장 시험법을 위한 나노인덴터용 인장시편 제작에 대한 연구를 수행하였다. 압축력과 인장력이 가해지는 위치에 따라 외부 지지형 및 내부 지지형 구조의 구조를 제안하고, 측면식각을 통해 수백 nm의 폭을 가진 인장시편을 제작하는 방법을 제안하도록 한다.

2. 압축 시험기를 이용한 인장 시험법

2.1 압축 시험기를 이용한 인장 시험법

Fig. 1은 압축시험기를 이용한 인장시험 방법의 개념도를 나타낸다. 압축시험기로는 24×24μm 크기의 정사각형 형태의 평평한 팁을 설치한 나노인덴터 장비를 사용하였다. 실리콘 웨이퍼 위에 측정하고자 하는 박막재료가 도포되어 있으며, 실리콘 웨이퍼의 습식 식각을 통하여 얇은 박막을 웨이퍼가 지지하는 구조를 형성하게 된다. 이후 박막의 상하부를 Fig. 1과 같이 식각함으로써, 압축력에 의해 인장하중 전달부 (pressing part)가 지지부 (supporter)에 연결된 시험부 (testing part)를 당기는 구조의 시편을 가공하게 된다. 이때, 끝 단이 평평한 팁을 설치한 나노인덴터로 시험부가 매달고 있는 재료를 누르게 되면 시험부에 인장력이 집중되게 되어 재료의 인장 특성을 얻을 수 있다.

이 방법의 경우 일반적인 마이크로 인장 시험법에서 요구되는 고정 과정이 필요 없다. 이로 인해 고정 과정에서 정렬도의 오차에 의해 발생하는 잔류응력 및 미끄러짐 등에 의한 오차요인을 제거할 수 있으므로 나노 단위의 정밀 시편에 대해서 보다 신뢰성 있는 결과를 얻는데 유리하다.

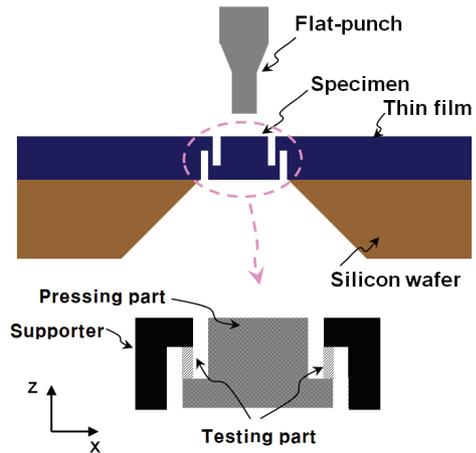


Fig. 1 Schematic diagrams of indenter-driven nano-tension testing method

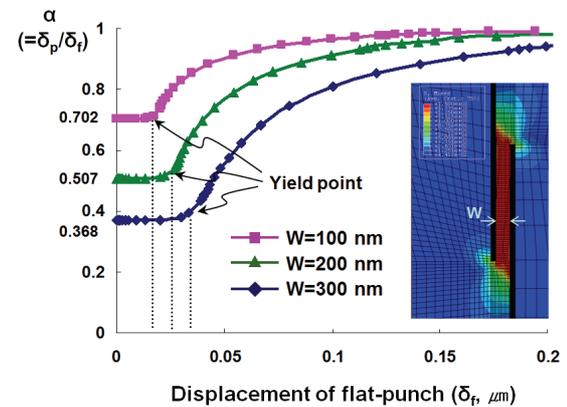


Fig. 2 The strain concentration ratio (α ; deformation of testing part / displacement of flat-punch) vs. displacement of flat-punch for each cross-sections with the size (w) of 100-300 nm on a side. The simulation was performed using ABAQUS. Inset is stress distribution at the specimen after yield¹⁴

2.2 인장시편의 시험부 압력 분포

본 연구에서 제안한 구조의 경우 압축력을 가하는 나노인덴터 장비에서 팁에 가해지는 힘과 변위가 측정된다. 시험부에 가해지는 응력은 시험부의 단위면적으로부터 얻어지며, 변형률은 인덴터 팁의 변위와 시험부의 길이로부터 계산된다.

한편, 시험부의 인장과정에서 인접한 지지부 및 인장하중 전달부에서 발생하는 미세한 변형이 발생하게 되는데, 이 비율(변형집중 상수; α)을 Fig.

2와 같이 도출 한 바 있다.¹⁴ 변형집중 상수는 탄성계수에는 무관하고 시험부의 세장비에 의해서만 결정되는 값으로서, 인덴터에서 측정되는 힘과 변위로부터 시험부에 가해지는 압력과 변형량을 도출할 수 있다.

3. 압축 시험기용 인장시편 설계 및 제작

3.1 압축시험기용 인장시편

나노인덴터용 인장시편의 구조는 Fig. 3과 같이 크게 인장하중 전달부, 시험부, 지지부로 나뉜다. 시험부의 윗면은 지지부와 연결되어 인장하중 전달부를 매달고 있는 구조를 이루고 있다. 인장하중 전달부의 윗면은 지지부의 윗면에 비해 약 2 μm 위로 도출 되어 있어 평평한 인덴터 팁이 인장하중전달부만 압축하도록 하며, 인장하중 전달부의 윗면의 넓이는 시험부 단면 넓이에 비해 100배 이상으로 두어 대부분의 변형이 시험부에 집중되게 된다. 인장하중 전달부는 약 10-20 μm 폭으로 형성되므로 무게에 의해 시험부에 걸리는 응력은 무시 할 수 있을 정도로 작다.

외부 지지형 시편의 경우에는 인장하중 전달부의 개수 만큼의 모서리를 가진 정다각형의 꼭지점에 시험부가 위치하도록 시험과정에서 각 시험부에 균일한 인장하중이 유도되도록 한다. 본 연구에서는 Fig. 3(a)와 같이 정사각형의 각 꼭지점에 시험부가 위치한 구조를 제작하였다.

내부 지지형 시편의 경우에는 하나의 시험부가 인장하중 전달부를 지지하고 있는 구조로서, 굽힘력 없이 순수 인장력만 부여하기 위해서는 인장하중 전달부의 무게중심에 위치하도록 하였으며, Fig. 3(b)와 같은 구조의 시편을 설계하였다.

3.2 박막 및 지그구조 제작공정

본 연구에서는 나노 마이크로 공정에 많이 사용되는 재료 중 하나인 전기도금 된 니켈 (nickel) 박막 시편을 제작하였다.^{15,16} 나노 인장시편을 제작하기에 앞서 박막이 지그에 고정된 형태로 형성된 시편을 Fig. 4와 같은 공정을 통해 제작된다.

실리콘 웨이퍼 (silicon wafer) 위에 화학적 증착 (CVD)을 이용하여 실리콘 웨이퍼의 양면에 SiN_4 를 200 nm 증착한다. 화학적 증착을 통하여 니켈 (nickel)을 20 nm 도포한 후, 전기도금 (electroplating) 공정을 통하여 니켈 박막을 7 μm 도포하며, 이때 온도 및 전류밀도는 각각 40 $^{\circ}\text{C}$, 2 mA/cm^2 이다.

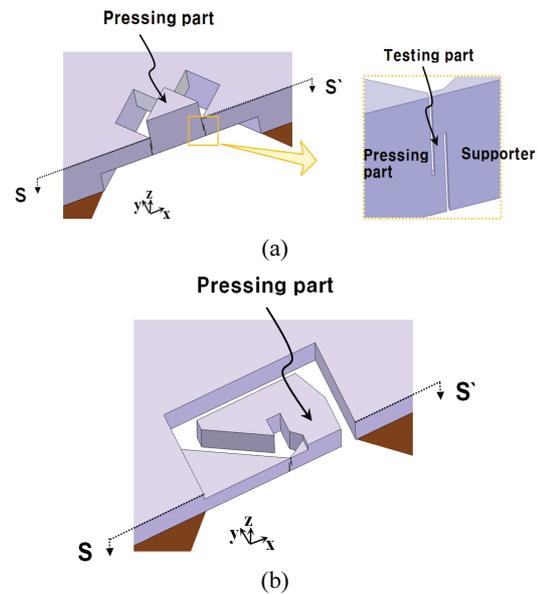


Fig. 3 Schematic diagrams of specimens with (a) multi-testing parts and (b) single testing part; testing part is at the centroid of the pressing part

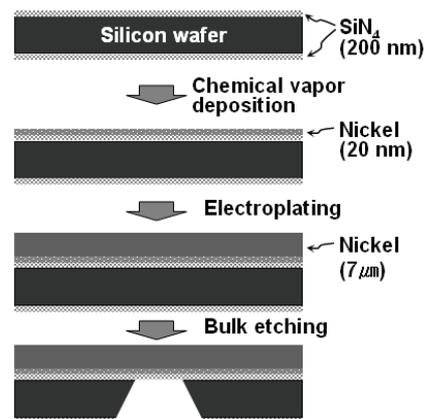


Fig. 4 Schematic diagrams of the fabrication of membrane on silicon wafer

이후 습식식각 (wet etching)을 통하여 약 $30 \times 30 \mu\text{m}$ 의 니켈 박막을 남기고 식각한다.

3.3 측면식각을 이용한 인장시편 제작

Figs. 5와 6은 각각 외부 지지형 외부 지지형 구조와 내부 지지형 구조의 인장시편을 제작하는 과정의 FIB-SEM 이미지이다. 30 eV 조건에서 beam current를 30pA-7nA 영역에서 조절하여 가공하였다.

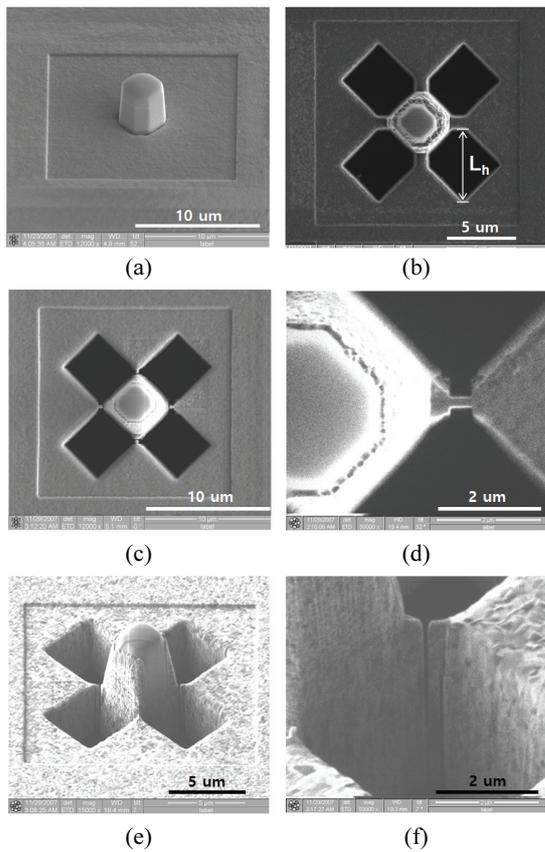


Fig. 5 Fabrication procedure of the specimen with multi-testing parts

외부 지지형 구조의 경우 FIB의 도포 및 식각 공정을 이용하여 제작하였다. 우선 Fig. 5(a)와 같이 인텐더가 압축력을 가할 수 있도록 주위 영역보다 단차를 높이기 위해 FIB를 통해 백금을 도포한다. 이후 Fig. 5(b)와 같이 인장시편 형성부를 가공하기 위한 Hole을 형성한다. 이때, 가공 속도를 높이기 위해 높은 조사량으로 Hole을 형성한 후 낮은 조사량으로 Figs. 5(c)와 5(d) 같이 시험부를 정밀 가공한다. Fig. 5(d)의 상하면과 같이 한쪽면이 완전히 뚫려있는 경우 beam current를 낮춤에 따라 가공폭을 정밀하게 조절 할 수 있다. 하지만, 나머지 두 면을 가공하여 Figs. 5(e)와 5(f)와 같은 구조를 형성하기 위해서는 시편을 뒤집어가며 상/하면에서 식각하여 형성하는 데에는 어려움이 있다. 가공하고자 하는 시험부의 폭이 좁을수록 중심부와 외곽부의 식각 속도차이가 커져 Figs. 6(a)와 6(b) 같이 균일한 폭의 인장시편을 형성하기 어려운 문제점이 있다.

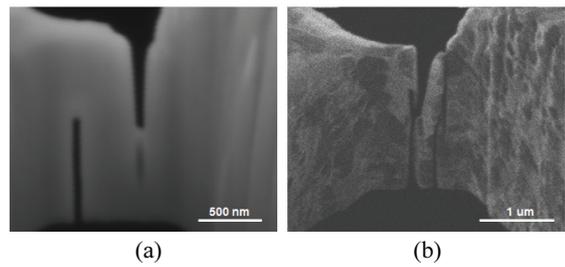


Fig. 6 Examples of non-uniform specimens when ablation is conducted in normal direction

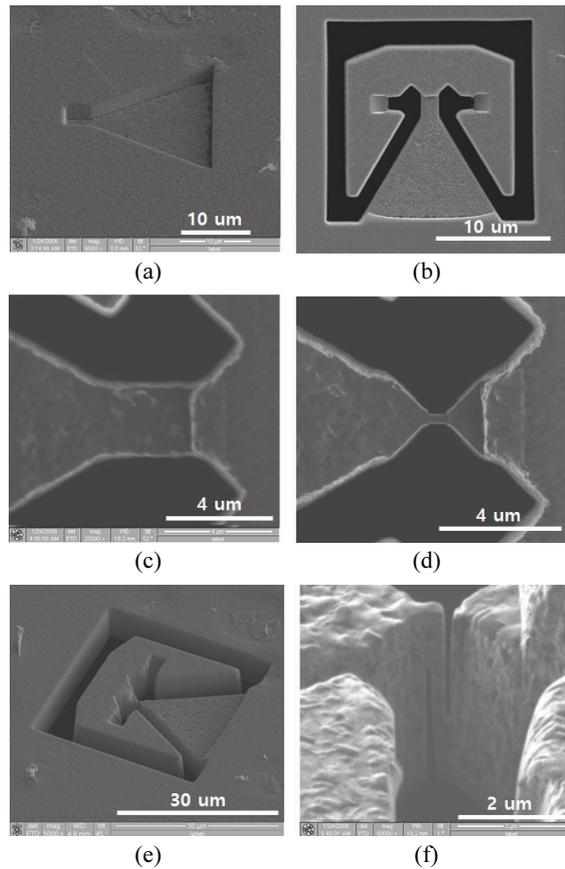


Fig. 7 Fabrication procedure of the specimen with single-testing part

따라서, 측면식각 공정을 통해 인장하중 전달부와 지지부를 연결하는 나머지 두 면을 가공하였다. 측면 가공을 위해 앞서 가공된 Hole의 대각선 크기(L_h)는 시험부를 측면에서 가공할 수 있도록 박막 두께의 약 1.5배 이상의 크기로 형성한다. Figs. 5(e)와 5(f) 같이 시편을 45° 기울였을 때 앞

서 형성된 Hole 을 통해 시험부의 측면을 가공할 수 있게되며, 균일한 폭의 시편을 얻기 위해 양쪽 측면에서 반복적으로 식각을 수행하였다.

내부 지지형 구조의 경우 우선 Fig. 7(a)와 같이 인장하중 전달부에만 압축력을 가할 수 있도록 지지부 영역을 약 1 μ m 식각하여 단차를 형성한다. 이후 Fig. 7(b)와 같이 인장하중 전달 부의 무게 중심 영역을 제외한 영역을 뚫어 인장하중 전달부와 지지부가 시험부를 통해서만 연결되는 구조를 형성한다. 이후, 앞선 외부지지형 구조의 경우와 마찬가지로 Figs. 7(c)과 7(d) 같이 낮은 조사량으로 시험부의 양 측면을 가공한 후 Figs. 7(e)와 7(f) 같이 측면식각을 통해 나머지 두 면을 가공하도록 한다. 이와 같은 방법을 이용해 300 nm 이하의 폭을 가진 인장 시편을 제작할 수 있었다.

4. 나노 인장시험

본 연구에서 제작한 인장시편을 나노인덴터를 이용하여 실험을 수행하였다. 24 \times 24 μ m의 정사각형면을 가진 평평한 나노인덴터 팁을 이용하여 시편에 압축력을 가하였으며, 이때 압입속도는 4 nm/s로 하였다.

외부 지지형 시편의 경우 각 시험부의 크기가 완전히 동일하지 못하며, 내부결합 등의 재료 조건이 동일하지 못함으로 인하여 각 시험부의 불균일 변형으로 인한 측정상의 어려움이 발생하였다. 또한, 시편과 팁의 접촉면이 이상적으로 평행하게 만나지 못함으로 인하여 각 시험부에 불균일 인장력이 걸리게 되는 단점이 있다. 따라서, 외부 지지형 시편의 경우 팁에 대한 시편의 기울기로 인하여 탄성계수 등 미세 변형량에서 관찰되는 값을 정확히 정의하기 어렵고, 불균일 파단으로 인하여 인장강도 등 매우 큰 변형률에서 관찰되는 값들을 정확히 정의하기 어려운 단점이 있다.

Fig. 8은 외부 지지형 시편을 이용하여 인장 시험 후 시편의 모양을 나타낸다. Fig. 8(b)는 시험부들 중 일부가 먼저 파단이 발생함으로써 시편이 기울어진 상태를 나타낸다.

반면, 내부 지지형 인장시편의 경우 외부 지지형 인장시편에서 발생하는 문제점이 발생하지 않는다. 시편과 인덴터 팁의 접촉면이 완전히 평행하지 않더라도 시험부에 잔류응력이 거의 가해지지 않고 두 면이 완전히 접촉할 수 있는 구조이며 파단이 일어나기까지 기울어짐 없이 인장부에 힘을

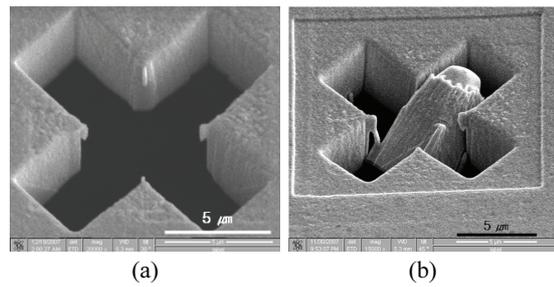


Fig. 8 (a), (b) SEM images of the specimens with multi-testing parts after indenter-driven nano-scale tensile test

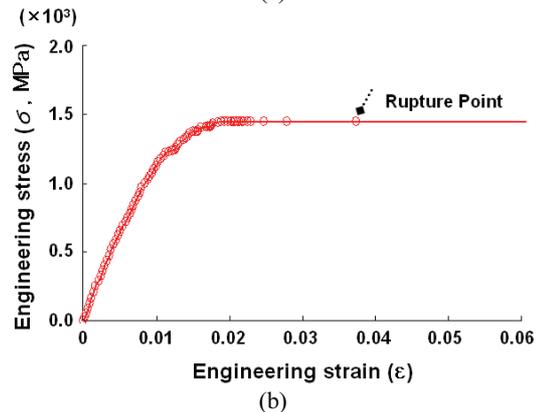
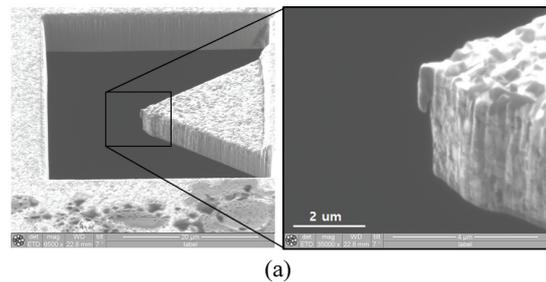


Fig. 9 (a) SEM image of the specimen with multi-testing parts after indenter-driven nano-scale tensile test. (b) Stress-strain curve for the specimen with cross-section of 250 \times 250 nm on a side

가할 수 있게 된다. Fig. 9(a)는 파단 후 시편의 형상을 나타내며, Fig. 9(b)는 단면 250 \times 250 nm 크기의 시편에 대한 응력-변형 곡선을 나타낸다. 탄성영역, 소성영역 및 파단 시점 등이 뚜렷하게 관찰 됨을 확인 할 수 있다. 이로부터 단일 인장시편의 경우 나노 단위에서의 재료의 탄성계수, 항복강도, 인장강도의 분석에 적용이 용이함을 확인할 수 있다.

5. 결론

본 연구에서는 나노 크기의 재료에 대한 물성 평가를 위해 나노인덴터용 인장시편 제작에 관한 연구를 수행하였다. 외부 지지형 인장시편과, 내부 지지형 인장시편 구조를 제안하였으며, 약 250 nm의 폭을 가진 인장시편을 제작 및 평가하였다. 외부 지지형 인장시편의 경우 인장하중 전달부의 각 모서리에 위치한 시험부의 변형이 불균일하게 발생하였으며, 시험과정에서 비틀리는 등 균일한 물성을 얻기 어려웠다. 반면 내부 지지형 인장시편의 경우 나노 크기의 단일 시편에 대하여 탄성계수, 인장강도 등을 확인할 수 있는 응력-변형 곡선 얻을 수 있음을 확인하였다. 본 연구에서 제안한 방법은 박막 제조공정을 기반으로 한 다양한 나노/마이크로 제작공정의 재료에 대하여 나노 단위에서의 물성에 대한 연구에 응용될 수 있을 것으로 사료된다.

REFERENCES

1. Cho, H., Hemker, K., Lian, K., Goettert, J., and Dirras, G., "Measured Mechanical Properties of Liga Ni Structures," *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 103, No. 1, pp. 59-63, 2003.
2. Espinosa, H. D., Berbenni, S., Panico, M., and Schwarz, K. W., "An Interpretation of Size-Scale Plasticity in Geometrically Confined Systems," *Proc. of the National Academy of Sciences of the United States of America*, Vol. 102, No. 47, pp. 16933-16938, 2005.
3. Espinosa, H., Panico, M., Berbenni, S., and Schwarz, K., "Discrete Dislocation Dynamics Simulations to Interpret Plasticity Size and Surface Effects in Freestanding FCC Thin Films," *International Journal of Plasticity*, Vol. 22, No. 11, pp. 2091-2117, 2006.
4. Lee, H. J. and Ahn, D. G., "A Study on Tensile Behavior of Transparent Polycarbonate (PC) Plate in the High Temperature," *J. Korean Soc. Precis. Eng.*, Vol. 31, No. 1, pp. 21-28, 2014.
5. Haj-Ali, R., Kim, H.-K., Koh, S. W., Saxena, A., and Tummala, R., "Nonlinear Constitutive Models from Nanoindentation Tests Using Artificial Neural Networks," *International Journal of Plasticity*, Vol. 24, No. 3, pp. 371-396, 2008.
6. Mazza, E., Abel, S., and Dual, J., "Experimental Determination of Mechanical Properties of Ni and Ni-Fe Microbars," *Microsystem Technologies*, Vol. 2, No. 4, pp. 197-202, 1996.
7. Mirshams, R. A. and Pothapragada, R. M., "Correlation of Nanoindentation Measurements of Nickel Made Using Geometrically Different Indenter Tips," *Acta Materialia*, Vol. 54, No. 4, pp. 1123-1134, 2006.
8. Nix, W. D. and Gao, H., "Indentation Size Effects in Crystalline Materials: A Law for Strain Gradient Plasticity," *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 46, No. 3, pp. 411-425, 1998.
9. Oliver, W. C. and Pharr, G. M., "An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments," *Journal of Materials Research*, Vol. 7, No. 6, pp. 1564-1583, 1992.
10. Haque, M. and Saif, M., "Application of MEMS Force Sensors for in Situ Mechanical Characterization of Nano-Scale Thin Films in SEM and TEM," *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 97, pp. 239-245, 2002.
11. Espinosa, H. D., Berbenni, S., Panico, M., and Schwarz, K. W., "An Interpretation of Size-Scale Plasticity in Geometrically Confined Systems," *Proc. of the National Academy of Sciences of the United States of America*, Vol. 102, No. 47, pp. 16933-16938, 2005.
12. Uchic, M. D., Dimiduk, D. M., Florando, J. N., and Nix, W. D., "Sample Dimensions Influence Strength and Crystal Plasticity," *Science*, Vol. 305, No. 5686, pp. 986-989, 2004.
13. Kiener, D., Grosinger, W., Dehm, G., and Pippan, R., "A Further Step towards an Understanding of Size-Dependent Crystal Plasticity: In Situ Tension Experiments of Miniaturized Single-Crystal Copper Samples," *Acta Materialia*, Vol. 56, No. 3, pp. 580-592, 2008.
14. Yang, D.-Y., Lim, T. W., Son, Y., Barlat, F., and Yoon, J. W., "Gripless Nanotension Test for Determination of Nano-Scale Properties," *International Journal of Plasticity*, Vol. 27, No. 10, pp. 1527-1536, 2011.
15. Fritz, T., Cho, H., Hemker, K., Mokwa, W., and Schnakenberg, U., "Characterization of Electroplated Nickel," *Microsystem Technologies*, Vol. 9, No. 1-2, pp. 87-91, 2002.
16. Kim, S.-H. and Boyd, J. G., "A New Technique for Measuring Young's Modulus of Electroplated Nickel Using AFM," *Measurement Science and Technology*, Vol. 17, No. 8, Paper No. 2343, 2006.