

나노스케일의 금속 나노빔 시험편 제작 및 이를 이용한 금 박막 나노 구조물의 기계적 물성 평가

論 文

56-7-19

Fabrication of Nanoscale Metal Nanobeam Specimens and Evaluation of the Mechanical Properties of Gold Thin Film Nanostructures

白昌煜[†] · 玄益在^{*}

(Chang-Wook Baek · Ik-Jae Hyeon)

Abstract - In this paper, fabrication techniques for nanoscale metallic nanobeam specimens have been proposed, and mechanical properties of the fabricated gold nanobeams have been evaluated by nanoindentation techniques and nanobeam bending test. Elastic modulus and hardness of gold nanobeams were measured to be 109.6 ± 10 GPa and 1.73 ± 0.3 GPa, respectively, from the nanoindentation test, while elastic modulus was 241 ± 7 GPa from the nanobeam bending test.

Key Words : NEMS, mechanical properties, freestanding specimens, nanoindentation, nanobeam bending method

1. 서 론

최근 NEMS(Nano Electro Mechaical Systems, NEMS) 분야의 연구에 힘입어 나노스케일의 선폭 및 두께를 가지는 나노기계 구조물들이 여러 분야에 활용되고 있다. 나노구조물은 극소량의 질량과 작은 크기로 인해 자체의 기계적 공진 주파수가 매우 높아질 수 있으며, 질량 변화에 대한 민감도가 매우 커진다. 따라서 이와 같은 나노구조물의 특성을 활용한 MHz 오더의 고주파 진동자(resonator) 및 초고감도의 질량/힘 센서에 관련된 많은 연구 결과들이 발표되고 있다[1, 2].

NEMS 디바이스 설계를 위해서는 나노구조물의 탄성계수와 같은 기계적 물성값이 필요하다. 일반적으로 나노 구조의 물성값은 벌크 상태의 재료의 물성값과 다르며, 특히 시편 크기에 의존성을 보이는 것으로 알려져 있다[3]. 따라서 정확한 설계를 위해서는 나노스케일로 제작된 NEMS 구조물의 물성을 직접적으로 측정할 필요가 있다. 현재 마이크로 스케일에서의 기계적 물성 측정을 위한 다양한 방법들이 알려져 있으나, 나노스케일에 대해서는 CVD 등의 합성법으로 성장되는 일부 나노와이어 구조를 제외하고는 그 연구 결과를 찾아보기 매우 어렵다. 그 이유는 MEMS와 같은 일괄 공정 방식을 적용한 나노구조물의 형성 자체가 어려우며, 특히 물성 측정용 부유 시험편(freestanding specimen) 제작이 쉽지 않기 때문이다. Isono 등이 AFM을 이용한 field anodization을 통해 실리콘 나노빔을 제작하여 측정한 연구가 있으나 [4], 사용된 공정 방법은 산화막 형성이 가능한 단결정 실리콘에만 적용 가능하다. 특히 금속 재료에 대한 나노 선폭의 부유 시험편 제작 및 측정에 대한 연구 예는 찾아보기 어렵다.

본 논문에서는 $1 \mu\text{m}$ 이하의 나노스케일 선폭을 가지는 금속 나노빔 구조물의 형성 방법과, 기계적 물성 측정이 가능한 금속 나노빔 부유 시험편 제작 방법을 제시하였다. 제안된 공정을 이용하여 금 박막 나노구조물 시험편을 제작하고, 나노인덴테이션 방법 및 나노빔 굽힘 시험 방법을 적용하여 제작된 나노 구조의 기계적 물성값으로 탄성계수 및 경도를 측정, 비교하였다.

2. 나노스케일의 금 박막 나노빔 시험편 제작 공정

나노인덴테이션 시험 및 나노인덴터를 이용한 빔 굽힘법을 적용한 나노 박막의 기계적 물성 측정을 위해 나노스케일의 선폭을 가지는 빔 형태의 금 박막 구조물을 제작하였다. 제작 공정의 개요도를 그림 1에 나타냈다 [5]. 먼저 (100) 실리콘 웨이퍼 위에 두께 $0.3 \mu\text{m}$ 의 열산화막을 형성하고, PMMA resist를 코팅하여 전자빔 노광 장치(Leica Cambridge EMBF 10.5)로 30 kV의 가속 전압과 $350 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ 의 dose로 노광한 후 현상하고 (그림 1(a)), BOE 용액에서 산화막을 식각하여 lift-off 공정을 위한 언더컷을 형성한다 (그림 1(b)). 일반적으로 lift-off에는 이층 구조의 resist를 사용하나, 여기서는 열산화막을 버퍼층으로 형성하고 단일 e-beam resist를 사용하였다. 금 박막 구조층은 열증착(thermal evaporation) 방법을 사용하여 100 nm 두께로 증착하였다 (그림 1(c)). Lift-off를 위해 웨이퍼를 아세톤에 약 30분간 담가 resist를 제거하고, 버퍼층인 산화막을 BOE에서 식각하면 기판에 고정된 나노스케일 선폭의 금 박막 빔 구조물이 완성된다 (그림 1(d)).

본 연구에서는 e-beam resist의 노광 시 두 가지 선폭 ($w = 200, 500 \text{ nm}$)을 가지도록 빔 구조물의 제작을 시도하였고, 그림 2(a)에는 제작된 나노선폭의 금 박막 구조물의 SEM 사진을 나타냈다. 제작된 빔의 단면은 직사각형 형태가 아닌 사다리꼴의 형상을 가지고 있는데, 이는 열증착 방법의 특성상과 방향성을 가지는 금속 입자가, 언더컷을 가지는 좁은 선폭의 resist 패턴을 통과하면서 나타나는 현상으로 생각된다.

[†] 교신저자, 正會員 : 中央大學校 電子電氣工學部 助教授 · 工博
E-mail : cwbaek@cau.ac.kr

^{*} 非會員 : 中央大學校 電子電氣工學部 碩士課程
接受日字 : 2007年 5月 30日
最終完了 : 2007年 6月 8日

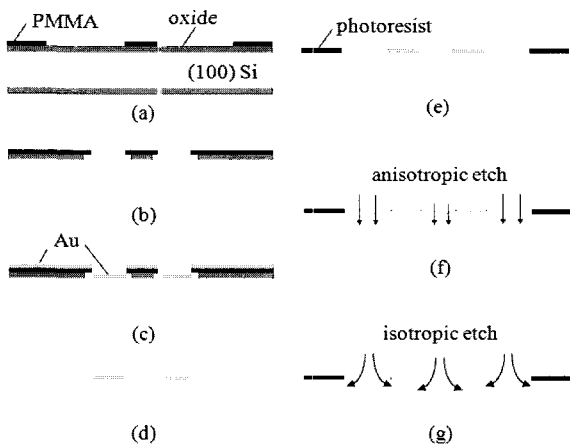


그림 1 나노스케일의 금 박막 나노빔 시험편 제작 공정
Fig. 1 Fabrication processes of gold nanobeams

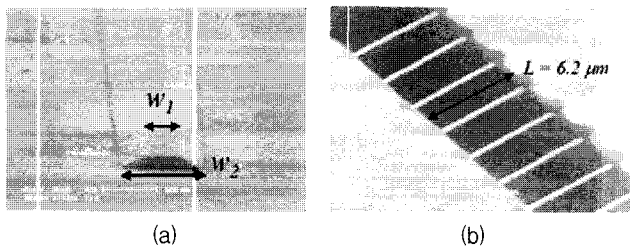


그림 2 제작된 금 나노빔 구조물의 FE-SEM 사진. (a) 기판에 고정된 나노빔과 (b) 부유된 나노빔
Fig. 2 FE-SEM images of the fabricated gold nanobeams. (a) fixed nanobeam and (b) freestanding nanobeams

빔의 선폭은 의도한 선폭에 비해 넓게 형성되었는데, 이는 resist의 현상 과정 및 산화막 언더컷 형성시 패턴이 넓어진 결과이다. 실제 제작된 빔 구조물의 형상 및 크기를 AFM을 이용하여 측정하였으며, 측정된 결과는 3.2 절의 표 1에 정리하여 나타냈다.

빔 굽힘 시험을 위해서는 빔이 외부 하중에 의해 움직일 수 있는 부유 시험편 제작이 필요하다. 이를 위해 본 연구에서는 실리콘 DRIE를 이용한 2단 부유 공정을 사용하였다. 먼저 나노빔이 형성된 웨이퍼에 표준 사진식각 공정을 통해 식각 윈도우를 형성한다 (그림 1(e)). 구조물 하부 공간 확보를 위해 먼저 표준 Bosch 5/3/5 공정을 이용한 이방성 실리콘 DRIE를 수행하여 10 μm 깊이의 트렌치를 형성하고 (그림 1(f)), 연이어 DRIE 조건을 바꾸어 실리콘의 등방 식각을 행하여 구조물을 부유시킨다 (그림 1(f)). 이와 같은 2단 식각 공정을 적용하여 습식 식각시 나타날 수 있는 구조물의 손상을 줄일 수 있고, 등방 식각에서 나타나는 언더컷에 의해 구조물의 길이가 설계값 보다 길어지는 현상을 막을 수 있다. 그림 2에는 이러한 부유 방법으로 제작된 나노스케일의 금 박막 부유 시험편의 SEM 사진을 나타냈다. 식각 윈도우의 길이는 5 μm 였으며, 제작된 빔의 실제 길이는 6.2 μm로 측정되었다. 언더컷은 각 지지부에서 0.6 μm 로 등방 식각만으로 10 μm 깊이의 트렌치를 형성할 때 이론적으로 나타날 5μm 의 언더컷 길이에 비해 매우 작음을 확인할 수 있었다.

3. 기계적 물성 측정 결과

3.1 나노인덴테이션 실험 결과

나노인덴테이션 시험은 Hysitron사의 TriboScope 나노인덴터를 사용하여 수행하였다. 이 장비는 AFM이 같이 내장되어 인덴테이션 후 팁을 이용하여 그 형상을 바로 측정할 수 있으며, 하중 및 변위 해상도는 각각 1 nN, 0.2 nm 이다. 인덴테이션 실험에는 삼면 피라미드의 Berkovich 팁을 사용하였고, 전형적인 인덴테이션 실험 절차를 따라 수행하였다 [3].

그림 3에는 나노인덴테이션 시험 후의 인덴트 형상의 AFM 이미지 및 프로파일과, 측정된 하중-변위 측정 곡선을 나타냈다. 그림 3(a)는 패터닝하지 않은 금 박막에 인덴테이션을 수행한 결과이다. AFM으로 측정된 박막의 나노그레인 크기는 지름 약 30 nm 정도로 측정되었으며, 매우 치밀하여 핀홀 등은 관측되지 않았다. 최대 인덴테이션 깊이는 박막 두께의 약 20 % 정도인 25 nm로 조절하였으며, 따라서 기관의 효과는 무시할 수 있다 [3]. 하중-변위 곡선에서 최대 인가 하중 80 μN에서 정지기를 가질 때 인덴테이션 깊이가 증가하는 것을 볼 수 있는데, 이는 금속 박막의 creep 현상이 일어남을 보여준다. 인덴테이션 형상은 시험 후 같은 인덴터 팁을 이용하여 바로 측정하였으며, calibration을 거쳐 박막의 경도와 탄성계수를 계산하였다. 금 나노 박막의 경도는 2.1 ± 0.3 GPa, 탄성계수는 119 ± 10 GPa 로 측정되었다.

그림 3(b)는 제안된 방법으로 제작된 나노빔 구조물의 위에 실험한 결과이다. 최대 인가 하중 60 μN의 정지기에서 역시 앞서와 마찬가지로 creep 현상을 보였으며, 이 때의 인덴

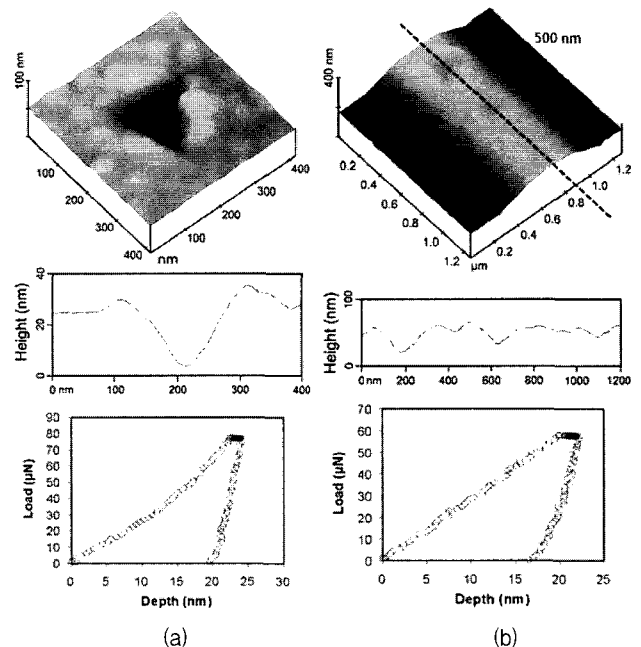


그림 3 나노인덴테이션 실험으로 얻어진 인덴트의 AFM 이미지 및 하중-변위 측정 곡선. (a) 패터닝하지 않은 금 박막 위, (b) 제작된 금 박막 나노빔 위

Fig. 3 AFM images of the indents and load-displacement curves from the nanoindentation tests. (a) on the unpatterned gold thin film, and (b) on the fabricated gold nanobeams.

테이션 깊이의 증가는 패터닝되지 않은 박막의 경우보다 더 크게 나타났다. 나노빔에서 측정된 경도 및 탄성계수의 값은 각각 1.73 ± 0.3 GPa, 109.6 ± 10 GPa로 나타났다. 패터닝되지 않은 금 박막의 경우에 비해 값이 약간 작게 측정되었는데, 이는 나노빔 상에서의 인텐테이션의 탄성/소성 변형 구간이 나노빔의 선폭보다 넓어져서 인텐테이션의 투영된 면적이 넓어졌기 때문인 것으로 분석된다.

3.2 나노빔 굽힘 시험 결과

나노빔 굽힘 시험은 인텐터의 팁을 제작된 그림 2(b)의 나노빔 부유 시험편의 중심부에 AFM을 사용하여 위치시킨 후, 나노인텐터를 통해 하중을 가하면서 발생하는 변위를 측정하여 이루어진다. 하중 인가시 팁이 나노빔을 파고드는 인텐테이션 효과를 막기 위해 끝이 무딘 blunt tip을 사용해야 하며, 여기서는 팁 끝단 반경이 1 μm 이고 기울기가 60도 인 다이아몬드 conical tip를 사용하였다.

그림 4에는 이와 같은 방법으로 길이 $L = 6.2 \mu\text{m}$ 의 부유된 금 박막 나노빔 시험편에 굽힘 실험을 행하여 얻어진 하중-변위 곡선을 나타내었다. 얻어진 곡선은 금 박막과 같은 연성(ductile) 재료가 보이는 탄성-소성 변형의 형태를 나타내고 있다. 나노빔의 탄성계수는 탄성 거동을 보이는 하중-변위 곡선의 선형 영역의 기울기로부터 계산할 수 있다. 그림 2(b)와 같이 양단이 고정된 빔 구조물의 굽힘 강성계수(bending stiffness) k 는 식 (1)과 같이 주어진다.

$$k = \frac{192EI}{L^3}, \quad I = \frac{w_1^2 + 4w_1w_2 + w_2^2}{36}t^3 \quad (1)$$

여기서 I 는 제작된 빔과 같이 사다리꼴 단면을 가질 경우의 관성 모멘트이다. 따라서 측정을 통해 얻은 선형 영역의 기울기와, 빔의 형상 측정 결과에서 얻어지는 길이, 폭 및 두께를 식 (2)에 대입하여 얻어지는 관성 모멘트 값들을 식 (1)에 대입하면 빔의 탄성계수를 계산할 수 있다. 여기서는 3개의 빔에 대해 측정을 수행하여 그 결과로 얻어진 값들을 표 1에 나타냈다. 측정된 탄성계수의 값은 241 ± 7 GPa 정도로 나타났다.

3.3 실험 결과 비교 분석

나노인텐테이션 실험을 통해 얻어진 금 박막의 탄성 계수는 벌크 상태의 금의 탄성 계수 ($E = 80$ GPa)에 비해 30-40 GPa 정도 크게 나타났다. 본 실험에서 사용된 thermal evaporation된 금 박막의 그래인 크기는 AFM 상에서 약 30 nm 정도였으며, Espinosa 등의 연구[6]에서 사용된 e-beam evaporation 증착된 금 박막의 평균 그래인 크기 250-300 nm 에 비해 매우 치밀한 것으로 측정되었다. 또한 본 실험에서 사용한 시험편은 기판 상에 금 박막만을 증착해 바로 측정하는 것이 아니라 부유 시험편 제작을 위한 플라즈마 식각 등의 후속 공정을 겪었으므로, 표면 성질 및 물성에 변화가 있었으리라 생각된다. 이와 같은 그래인 크기의 차이나 후속 공정의 영향에 의해 탄성계수가 크게 측정된 것으로 추정된다. 그러나 좀 더 명확한 분석을 위해서 추후 XRD 및 SEM/TEM 등의 측정을 통해 박막의 우선 결정 방향성이나 그래인 상태 등에 대한 재료학적인 면밀한 고찰이 필요하다.

나노빔 굽힘 시험법에 의해 측정된 나노빔의 탄성계수의 값은 나노인텐테이션 실험을 통해 측정된 값보다 2배 이상으

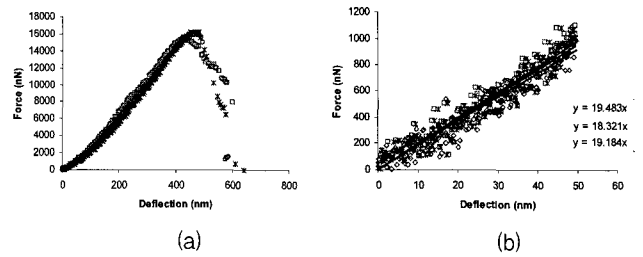


그림 4 나노빔 굽힘 시험을 통해 얻어진 하중-변위곡선. (a) 전체 곡선과 (b) 초기 선형 구간을 확대한 모습. 측정에 사용한 빔의 형상은 $w_1 = 406$ nm, $w_2 = 914$ nm.

Fig. 4 Load-deflection curve from the nanobeam bending test. (a) total curve and (b) linear region. Dimensions of the beam for measurement are $w_1 = 406$ nm, $w_2 = 914$ nm.

표 1 제작된 나노빔 구조물의 형상 측정 데이터 및 나노빔 굽힘 시험 결과로 얻어진 탄성계수

Table 1 Dimensions of the fabricated nanobeams and elastic modulus from the nanobeam bending test

시험편	설계 형상 [nm]	측정 형상 [nm]		두께 [nm]	길이 [μm]	굽힘 강성계수 [N/m]	탄성계수 [GPa]
	w	w_1	w_2				
1	500	406	914	123	6.2	19.483	248
2						18.321	233
3						19.184	244

로 매우 크게 측정되었다. 빔 굽힘 시험에서 나타날 수 있는 오차 원인으로 몇 가지를 생각해 볼 수 있다. 먼저 데이터 분석의 측면에서는 앞서 설명한 것과 같이 언더컷에 의한 빔 길이의 변화를 생각해 볼 수 있는데, 본 연구에서는 실제 제작된 빔의 언더컷을 고려하여 측정된 빔 길이를 사용하였으므로 이는 원인에서 제외할 수 있다. 다른 원인으로는 나노빔 내부에 존재하는 초기 응력에 의한 영향을 생각해 볼 수 있다. 본 실험에서 탄성 계수를 계산할 때 사용한 식 (1)은 빔 구조물 내부에 존재할 수 있는 잔류 응력(residual stress)의 효과를 생각하지 않은 식으로, 만일 나노빔이 인장 잔류응력을 가지고 있을 경우 빔의 강성이 더 증가하게 되므로 강성 계수 k 의 값이 더 크게 측정될 것이며, 이는 다시 계산된 탄성계수를 크게 만드는 원인이 될 수 있다.

본 연구진의 이전 연구에서 10 μm 의 선폭을 가지는 마이크로 스케일의 금 박막 구조물에 대해 빔 두께를 200, 500, 1000 nm 변화시키면서 빔 굽힘 시험을 통해 탄성 계수 및 잔류 응력을 측정하였다 [7]. 이 경우 200 nm 두께의 박막의 경우 인장 잔류 응력이, 500 및 1000 nm 두께의 박막은 압축 잔류 응력이 존재하는 것으로 서로 다르게 나타났다. 이로부터 본 연구에서 제작된 100 nm 두께의 금 박막은 인장 응력을 가질 것으로 예측해볼 수 있으나, 마이크로 스케일의 경우에 비해 후속 제작 공정에 차이가 있었으므로 두 경우를 직접 비교하기는 어렵다. 실제 마이크로 스케일에서의 측정 결과는 탄성 계수가 27-37 GPa 정도로 작게 측정되었고 두께에 의한 영향은 크게 나타나지 않았다 [7]. 이는 비

슷한 시편 크기를 가지는 Espinosa 등의 실험에서 탄성 계수가 53-55 GPa 정도로 작게 측정된 것과 비슷한 결과이다 [6]. 마이크로스케일 시편에서는 두께가 200 nm인 경우 약 20 MPa의 인장 잔류 응력이 측정되었는데, 이로서는 본 실험에서 나타난 나노빔의 2배 이상의 강성 변화를 설명하기 어렵다. 추후 연구에서는 모든 공정을 거친 나노빔에 존재하는 잔류 응력의 크기를 직접 측정할 수 있도록, 서로 다른 형상의 두 개 이상의 나노빔을 제작하여 하중-변위 곡선을 얻고, 잔류응력이 고려된 굽힘 강성식을 사용하여 탄성계수와 잔류응력을 동시에 계산하는 접근 방법을 사용할 필요가 있다고 생각된다.

실험 방법적으로 나타날 수 있는 오차로는 나노인덴터를 이용한 하중 인가시 팁을 정확히 빔 중앙에 위치시키기 어려운 문제가 있다. 또한 나노빔의 표면 선폭이 좁아 표면 위치를 정확히 찾기 어려우므로 초기의 작은 변형에 대한 데이터의 값은 신뢰성이 많이 떨어지게 되는데, 탄성 계수를 찾기 위해서는 하중-변위 곡선의 초기 선형 부분을 사용하였으므로 이 역시 계산된 탄성계수의 값에 영향을 미쳤을 것으로 생각된다. 이러한 경우 실제 측정된 데이터가 강성이 증가 혹은 감소하는 경향으로 측정되었는지를 정확히 판단하기 힘들기 때문에, 초기 데이터의 정확도를 향상시킬 수 있는 실험 방법의 개선이 요구된다.

4. 결 론

본 연구에서는 나노스케일의 선폭을 가지는 금 박막 나노빔 및 부유 구조물을 제작하는 공정을 제안하였으며, 제작된 빔 구조물을 사용하여 나노인덴테이션과 나노빔 굽힘 시험 방법으로 기계적 물성을 측정된 결과를 제시하였다. 제안된 공정 및 측정 방법은 나노스케일을 가지는 NEMS 구조물의 설계를 위한 기계적 물성값을 측정하는 유용한 도구로 활용될 수 있다.

감사의 글

이 논문은 2005년도 중앙대학교 학술연구비(일반연구비) 지원에 의한 것임.

참 고 문 헌

- [1] A. N. Cleland and M. L. Roukes, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 69, no. 18, pp. 2653-2655, 1996.
- [2] N. L. Lavrik and P. G. Datskos, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 82, no. 16, pp. 2697-2699, 2003.
- [3] B. Bhushan and X. Li, *Int. Mater. Rev.*, vol. 48, pp. 125-164, 2003.
- [4] T. Namazu, Y. Isono, and T. Tanaka, *J. Microelectro mech. Syst.*, vol. 9, no. 4, pp.450-459, 1999.
- [5] 김종만, 백창욱, 김용권, P. Nardi, X. Li, 제5회 한국 MEMS 학술대회 논문집, 제주, 2003, pp. 409-413.
- [6] H. D. Espinosa, B. C. Prorok, B. Peng, *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 51, no. 1, pp. 47-67, 2003.
- [7] C. -W. Baek, J. -M. Kim, Y. -K. Kim, J. -H. Kim, H. -J. Lee, and S. -W. Han, *Sens. Mater.*, vol. 17, no. 5, pp. 277-288, 2005.