

## 나노압입시험과 응력완화 모델링을 통한 박막 잔류응력 평가

李潤熙 · 崔烈\* · 權東一

서울대학교 공과대학 재료공학부  
\*(주)프론틱스 연구개발부

### Evaluation of Thin Film Residual Stress through the Nanoindentation Technique and the Modeling of Stress Relaxation

Yun-Hee Lee, Yeol Choi\* and Dongil Kwon

School of Materials Science and Engineering, Seoul National University, Seoul 151-742, Korea  
\*Research & Development Division, Frontics, Inc., Seoul 151-742, Korea

**Abstract :** Residual stress in thin film was evaluated by a nanoindentation technique combined with a new stress-relaxation model. The dominant shape change in the nanoindentation curve during the stress relief in thin film was identified as the increase or decrease of applied load for a given maximum indentation depth. The applied indentation load of film under tensile stress was higher than that of stress-free film. Also, a stress-sensitive deformation morphology around the indenter-thin film contact was proposed. Finally, the in-plane residual stress in thin film was directly calculated from the change in the normal applied load arising from stress relaxation. The stresses for diamond-like carbon (DLC) and Au films evaluated under the proposed analytical model agreed well with the residual stresses measured by the conventional curvature method.

(Received May 24, 2001)

**Key words :** Residual stress, Thin film, Nanoindentation, Indentation load-depth curve, Stress relaxation path.

## 1. 서 론

소재의 소성변형이나 열이력으로 발생하는 잔류응력은 벌크 소재의 피로강도, 파괴 물성을 떨어뜨리고, 후속적인 가공을 곤란하게 하는 여러 문제점을 발생시킨다<sup>1)</sup>. 또, 최근들어 사용이 급증한 박막소재의 경우, 이종소재 접합부 계면에서 발생한 잔류응력이 기계적 물성을 좌우하는 중요한 요소로 보고되었다<sup>2,5)</sup>. 그러나, 기존에 연구된 실험실 수준의 잔류응력 측정 기법<sup>1,6-8)</sup>들은 일정 형태의 시편 채취에 따른 응력완화를 보상할 수 없고, 시험 중에서도 응력제거를 목적으로 일부 소재를 손상없이 제거<sup>6)</sup>하는 등의 복잡한 과정<sup>1,6-7)</sup>이 필요한 문제점들이 있다. 또, 박막 소재에 자주 사용되어 온 레이저를 이용한 곡률 측정법<sup>7,9)</sup>은 하나의 평균적인 곡률 만을 형성함으로써 국소 영역의 잔류응력 분포에 대한 정보를 줄 수 없다는 문제점이 있다.

이에 따라, 특별한 시편 채취 없이 in-situ 적용이 가능하고, 인가 하중에 따라 nm 수준의 국소영역 잔류응력까지도 측정할 수 있는 방법으로써 압입 시험법<sup>10,11)</sup>이 제안되었다. 나노 압입 시험법은 기존의 압입 경도법과 달리 인가하중을  $\mu\text{N}$  수준으로 떨어뜨리고, 시험 중 압입하중과 nm 수준의 압입자 침투깊이를 연속적으로 측정하여 압입하중-변위곡선을 형성한다. 이 압입하중-변위곡선은 압입자를 통하여 시편에 압입하중을 인가하는 단계의 하중인가곡선(loading curve)과 최대하중 이후 시편에서 압입자가 후퇴하는 단계의 하중제거곡선(unloading curve)으로 구성된다. 특히, 탄성회복 과정인 하중제거곡선의 분석을 통해 구해진 최대하중에서의 기울기와 압입자/시편의 접촉면적을 바탕으로 박막소재의 경도 및 탄성계수 평가가 이루어져 왔다<sup>12,13)</sup>. 그러므

로, 나노 압입시험을 통하여 잔류응력까지도 정량적으로 평가한다는 것은 박막의 기계적 물성 평가에 있어서 중요한 의의가 가진다.

압입시험을 이용한 기존 연구들은 잔류응력에 따른 겉보기 경도값(apparent hardness)의 변화<sup>14,15)</sup>를 파악하거나 압흔형상의 변화<sup>16)</sup>를 조사하는 정성적인 연구가 주를 이루었다. 그러나, 최근들어 잔류응력이 걸린 시편의 압입시 복잡한 탄/소성 접촉형상 평가에 단순히 무응력 상태의 압입시험에서 유도된 분석법을 그대로 적용하는 것에 대한 문제점이 제기되었고, 압흔형상의 정확한 측정<sup>17)</sup>과 유한요소해석<sup>18)</sup>을 통하여 실제 접촉면적을 구하여 평가한 고유경도(intrinsic hardness)와 잔류응력이 서로 무관함을 확인하였다. 따라서, 경도값이 아니라 잔류응력 제거시의 압입하중-변위곡선의 형태 변화로부터 잔류응력을 해석하는 연구<sup>19)</sup>가 진행되었다. 그러나, 아직까지 압입시험을 통한 잔류응력의 정량화 연구는 미진한 형편이며, 본 연구에서는 잔류응력과 압입하중의 상호작용에 대한 이론적 고려와 함께 잔류응력 완화에 따른 압입자/시편 간의 접촉형상 변화를 모델링함으로써 박막의 잔류응력을 평가하고자 하였다.

## 2. 이론적 해석

### 잔류응력과 수직 압입하중의 상호작용

박막에는 면내 등방향 잔류응력(in-plane isotropic residual stress)이 존재하고, 박막 두께의 1/10 이하의 얇은 압입깊이에 있어서 압입자가 느끼는 잔류응력 상태는 박막 두께 방향으로 균일한 것으로 가정할 수 있다. 잔류응력이 걸린 박막에 대한

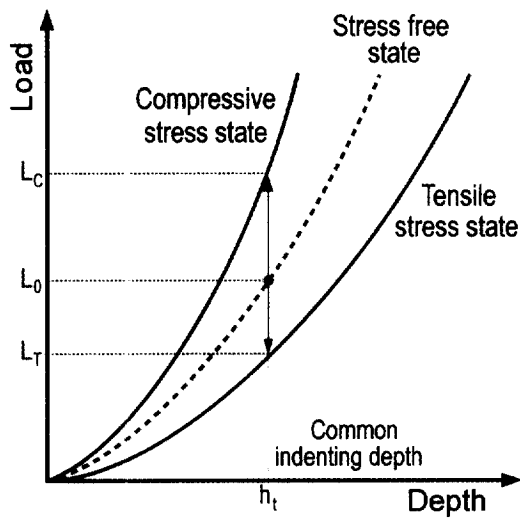


Fig. 1. Schematic diagram showing the variation of indentation loading curves by the change of stress states<sup>15,17</sup>.

압입거동의 변화는 그림 1의 하중인가곡선에서 파악할 수 있다. 동일한 최대 압입깊이에 대해 인장 잔류응력을 갖는 박막은 무응력 상태에 비해 낮은 압입하중을 나타내고, 이와 반대로 압축 잔류응력을 갖는 박막은 높은 압입하중을 나타낸다<sup>16,17,19</sup>. 즉, 인장 잔류응력 상태의 박막에서는 면내 잔류응력에 의해 유도된 수직하중이 외부 인가하중에 더해지므로, 무응력 상태보다 낮은 인가하중에서 정해진 최대 압입깊이가 얻어진다. 반면에 압축 잔류응력을 갖는 박막에서는 면내 잔류응력에 의해 유도된 수직하중이 외부 인가하중과 반대방향으로 작용하기 때문에 정해진 최대 압입깊이에 도달하는데, 보다 높은 인가하중이 필요하게 된다. 그러므로, 잔류응력에 의해 유도되는 수직하중의 분석을 통해 잔류응력을 평가할 수 있다.

잔류응력 유도 수직하중(residual-stress-induced normal load)의 크기와 방향은 등방향 박막 잔류응력을 등가적인 응력상태(equivalent stress state)로 표시한 기존의 연구<sup>19</sup>에서 확인할 수 있다. 우선 3축 정수압 응력(hydrostatic stress)은 재료의 소성 변형과 무관하므로, 소성 변형강도를 나타내는 고유경도와도 무관하다. 그러므로, 박막에 작용하는 2축 등방향 잔류응력은 소재의 고유경도에 영향을 끼치지 않는 3축 정수압 응력에서 1축 응력을 제한 응력상태와 등가이다. 압입 시험 시, 박막 단면에 대한 모식도인 그림 2와 같이 면내의 2축 인장 잔류응력( $\sigma_{res}^x = \sigma_{res}^y$ )은 3축 인장응력에 z축으로 동일한 크기의 1축 압축응력을 인가하면 형성된다. 식 (1)에서  $\sigma_z$ 로 나타낸 잔류응력의 압입하중  $L_T$ 에 대한 영향은 표면에 수직방향으로  $\sigma_{res}^x$ 와 동일한 크기와 반대부호를 가지는 응력항과 접촉면적의 곱인 잔류응력 유도 수직하중( $L_{res}$ )으로 고려할 수 있다.

$$\begin{aligned} \sigma_{res}^x &= \sigma_{res}^y = \sigma_{res} \\ \sigma_z &= -\sigma_{res} \end{aligned} \quad (1)$$

잔류응력 유도 수직하중의 영향으로 인해 압입하중-변위곡선의 구체적인 형상 변화는 발생하지만, 압입하중이 일정하면 잔류응력에 의해서 압입자/시편간의 접촉면적 및 고유경도는 변하지 않

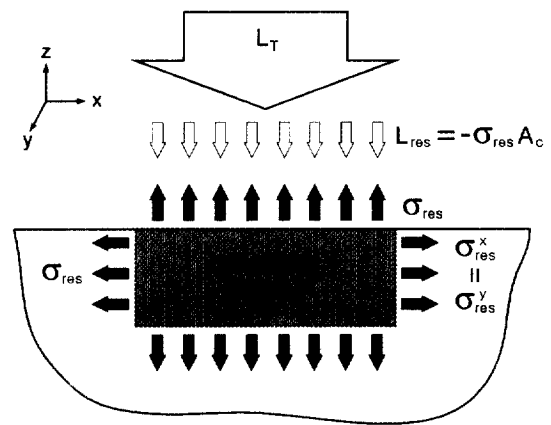


Fig. 2. Interaction of residual-stress-induced normal load ( $L_{res}$ ) and indentation load ( $L_T$ ).

는다는 다수의 연구결과가 보고<sup>17-19</sup>되었기 때문에, 본 연구에서는 잔류응력에 따르는 압입하중-변위곡선의 형태 변화와 고유경도 불변을 동시에 만족시키는 압입자/시편 간의 접촉형상을 모델링하였다.

**잔류응력 상태에 따른 압입자/시편 접촉형상 모델링**

일정각을 갖는 다이아몬드 압입자로 압입 시험을 행한 후, 압입하중을 압입자/시편 간의 접촉면적으로 나누어 소성변형 척도인 경도를 평가하며, 고유경도의 평가를 위해서는 실제 접촉면적의 정확한 측정이 필요하다. 잔류응력을 압입시험으로 평가하는 초기 연구에서는 압축 및 인장 잔류응력에 의해 겉보기 경도의 증가 및 감소가 보고<sup>16</sup>되기도 하였다. 그러나 최근들어 이론적 모사<sup>18</sup>나 압흔형상에 대한 여러 시험 결과 잔류응력에 의한 겉보기 경도의 변화는 광학현미경을 통한 압흔면적의 부정확한 측정에 기인하는 것일 뿐, 고유경도는 잔류응력에 무관하게 일정<sup>17,19</sup>한 것으로 보고되었다. 또한, 응력상태가 다른 동종 박막에 대해 일정 압입하중을 인가하여 형성된 압흔 크기를 원자단위현미경(atomic force microscope)을 이용하여 측정함으로써, 고유경도의 잔류응력에 대한 독립성은 본 연구에서도 실험적으로 확인할 수 있었다. 그러므로, 본 연구에서는 고유경도와 잔류응력이 상호 의존성이 없다는 사실<sup>17-19</sup>에 기반하여, 응력상태에 무관하게 고유경도가 일정해질 수 있는 실제 접촉깊이와 그림 1과 같이 응력상태에 따라 일정 최대 압입깊이 도달에 필요한 인가하중의 민감한 변화를 동시에 고려한 압입자/시편 간의 접촉 형상을 그림 3으로 모델링하였다. (a)의 인장 잔류응력에서 (b)의 무응력 상태를 거쳐 (c)의 압축 잔류응력으로 변함에 따라 동일한 최대 압입깊이에 도달하기 위한 외부 인가하중은  $L_T$ 에서  $L_0$ 를 거쳐  $L_C$ 로 점차 증가하고, 식 (2)로 표현된 일정한 고유경도  $H$ 의 유지를 위하여 인가하중의 증가와 동일한 비로 접촉면적도 증가한다.

$$H = \frac{L_T}{A_C} = \frac{L_0}{A_C} = \frac{L_C}{A_C} \quad (2)$$

그림 3(b)의 무응력 상태와 비교해 보면, 인장 혹은 압축 잔류응력의 영향은 접촉영역 외부의 탄성적인 pile-up 및 sink-in 깊이인  $h_p$  및  $h_s$ 에 의해서 발생함을 알 수 있다. 즉, 잔류응력 상태에 따른 접촉 양상 변화를 그림 1에 나타난 압입하중 인가곡

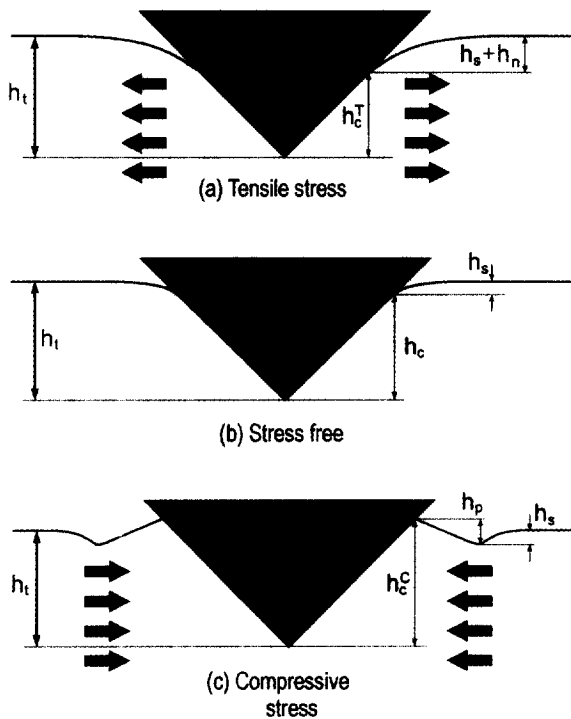


Fig. 3. Theoretically modeled surface morphologies around the contacts for (a) tensile stress, (b) stress free and (c) compressive stress states.

선의 형상 변화와 관련지어 모델링하면, 그림 2에서 나타나는 잔류응력 유도 수직하중과 같은 응력 영향인자로부터 박막의 잔류응력을 정량적으로 평가할 수 있다.

**압입깊이 제어 응력 완화 모델링을 통한 잔류응력 평가**

나노 압입시험에서 얻어지는 압입하중 인가곡선은 그림 1과 같이 무응력 상태와 비교할 때 인장 응력에서는 완만한 기울기를 갖고, 압축응력에서는 좀 더 급한 기울기를 갖게 된다. 동일한 최대 압입깊이  $h_c$ 에 대해서 인장, 무응력 및 압축 잔류응력으로 변함에 따라 외부 인가하중은  $L_T$ 에서  $L_0$  및  $L_C$ 로 점차 증가하게 된다. 최대 압입깊이를 일정하게 유지하면서 잔류응력을 완화시키는 과정은 그림 4의 압입하중 인가곡선에서 살펴 볼 수 있다. 우선 인장 잔류응력시 최대 압입깊이인  $h_c$ 를 유지하면서 잔류응력이 제거되면,  $h_c$ 의 최대 압입깊이에 대응하는 무응력 상태에서의 압입하중  $L_0$ 가 발생하여야 하므로, 압입자에는 잉여 하중  $L_{res}$ 가 추가되어야 한다. 이 잉여하중이 그림 2에 나타난 잔류응력 유도 수직하중이라 볼 수 있다.

또한, 잔류응력 완화 과정 중 압입자/시편의 접촉형상의 구체적인 변화는 그림 5의 모식도를 통해서 간단히 설명될 수 있다. 인장 잔류응력을 가진 시편에  $L_T$ 의 하중을 인가하여 최대 압입깊이  $h_c$ 를 형성시킨 뒤, 강체의 프레임(rigid frame)으로 압입자와 시편을 구속하여 잔류응력 제거시에도 최대 압입깊이는  $h_c$ 로 유지되도록 하였다. 이때 인장 잔류응력을 완화하면 압입자를 시편표면에서 밀어내려는 힘이 작용하게 된다. 그러나, 강체 프레임의 구속에 의해 최대 압입깊이는 유지되고, 시편이 압입자를 밀어내려 했던 힘은 압입하중의 증가로 나타난다. 즉, 응력의 완화과정에 의해서 잔류응력 유도 수직하중 만큼 압입하중이 증가

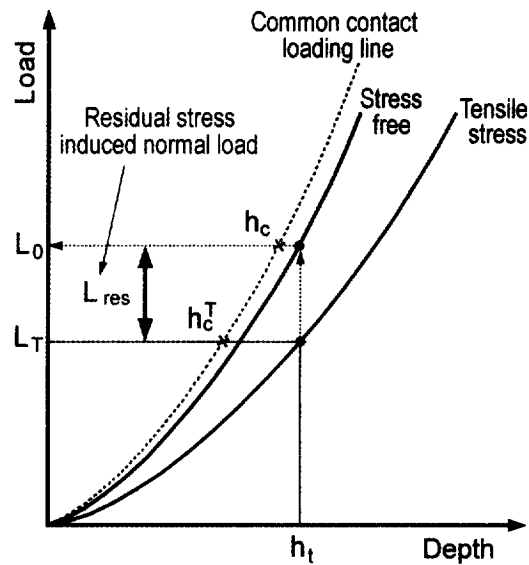


Fig. 4. Change of applied indentation load during stress relaxation by maximum depth controlled path.

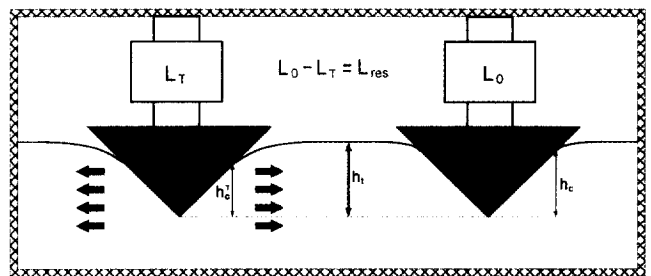


Fig. 5. Schematic diagram of the changes in contact load and morphology during maximum depth controlled stress relaxation.

하고, 접촉깊이도  $h_c^T$ 에서  $h_c$ 로 증가한다. 인장 잔류응력시 압입 하중과 최대 압입깊이인 ( $L_T, h_c$ )는 최대 압입깊이를 유지하면서 잔류응력을 제거한 상태인 ( $L_0, h_c$ )와 등가인 상태(equivalent state)로 볼 수 있으며, 두 상태에 대한 압입하중 사이에는 식 (3)의 관계가 존재한다.

$$L_0 = L_T + L_{res} \tag{3}$$

반면에 압축 잔류응력 상태에서 최대 압입깊이를 일정하게 유지 하면서 잔류응력을 제거하면, 접촉깊이의 감소와 함께 잔류응력 유도 수직하중 만큼 압입하중이 감소한다. 박막 잔류응력은 인장 및 압축 잔류응력과 무관하게 식 (4)와 같이 잔류응력 유도 수직하중인  $L_{res}$ 를  $L_0$ 에서의 접촉면적  $A_c^0$ 로 나눔으로써 평가할 수 있다.

$$\sigma_{res} = \frac{L_{res}}{A_c^0} \tag{4}$$

**3. 실험 방법**

나노 압입시험과 제한된 응력 완화 모델링을 통한 잔류응력의 분석을 위하여 아래와 같은 실험을 진행하였다. 우선 시편은 화

학 진공증착 방법을 통해 실리콘 기판 위에 합성한 0.6 μm 두께의 다이아몬드성 카본(diamond-like carbon) 박막과 E-beam evaporator를 통해 증착한 1.0 μm 두께의 Au 박막을 사용하였다. 우선 잔류응력이 걸린 증착박막에서 얻어진 압입하중-변위곡선의 형태와 비교하기 위한 무응력 상태의 박막은 실리콘 기판의 제거를 통해 제작하였다. 기판을 제거하면 증착 중 박막 내의 결함에 의해 발생하는 일부의 고유응력을 제외한 계면에서 박막/기판 간의 상호 구속으로 발생하는 모든 응력은 제거된다. 우선 실리콘 기판이 HNO<sub>3</sub>:HF:CH<sub>3</sub>COOH를 6:3:1로 혼합한 용액에 가용성인 반면에 다이아몬드성 카본 박막은 불용성인 성질을 이용하여 실온에서 실리콘 기판을 완전히 제거하였다. 또 실리콘 기판 위에 직접 증착된 Au 박막은 계면접합력이 크지 않아서 물리적인 하중으로 박막을 탈착시키는 것이 가능했다. 기판이 제거된 자유막(free-standing film)은 에탄올을 이용하여 세척한 뒤, 접착제 없이 시험용 지지대에 올려 놓고 나노 압입시험을 행하였다. 박막 만의 물성을 평가하기 위하여 최대 압입깊이가 박막 두께의 1/10 이하가 되도록 압입하중을 결정하였다<sup>20)</sup>. 이로부터 압입하중은 다이아몬드성 카본 박막에서 2000 μN, Au 박막에서 1500 μN으로 확인하였고, 삼각뿔 압입자(Berkovich indenter)를 이용하여 250 μN/s의 일정속도로 압입시험을 행하였다. 잔류응력이 걸린 증착박막과 무응력 상태의 자유막에 대해 10회씩 압입시험을 실시하였고, 실험 오류가 있는 곡선을 제외한 나머지 곡선들을 중첩하였다. 중첩시 중심부에 위치한 곡선을 각 응력상태를 대표하는 곡선으로 선정하여 분석에 이용하였다. 시험 결과 형성된 압흔은 원자단위현미경을 이용하여 관찰하여 고유경도 및 접촉면적이 잔류응력에 무관하게 일정하다는 전제가정을 실험적으로 확인하였다.

나노 압입시험을 통해 분석된 잔류응력과의 상호비교를 위하여 레이저 곡률법을 사용하여 DLC 박막의 잔류응력을 평가하였다. 레이저 스캔 거리는 20 mm로 하였고, 이로부터 얻어진 곡률반경을 식 (5)의 Stoney 식에 대입하여 박막에 존재하는 잔류응력을 평가하였다. 여기서 E, t, ν는 각각 기판의 탄성계수, 두께 및 Poisson 비를 나타내며, t<sub>r</sub>와 R은 박막두께와 측정된 박막 표면의 곡률반경을 나타낸다.

$$\sigma_{res} = \frac{Et^2}{6(1-\nu^2)t_r R} \quad (5)$$

#### 4. 결과 및 고찰

다이아몬드성 카본 박막에 대한 나노 압입시험 결과로 그림 6과 같이 구체적인 압입하중-변위곡선의 형상 변화를 확인할 수 있었다. 증착 상태의 잔류응력이 존재하는 박막에서 얻어진 압입하중-변위곡선은 재현성 있는 결과를 나타내었다. 반면에 기판을 제거한 무응력 상태의 자유막은 압입하중-변위곡선의 재현성이 떨어지고, 특히 초기 저하중 영역의 하중인가곡선 기울기가 매우 낮은 debonding 효과가 발생했다. Debonding 효과는 기판을 제거한 자유막을 접착제 없이 시험 지지대에 올려 놓은 상태에서 나노 압입시험을 행하므로, 시험과 지지대 사이에 존재하는 틈이 제거되는 동안 낮은 기울기의 압입하중 인가곡선이 형성되고, 그 이후 압입하중이 박막에 직접 인가되기 때문에 하중인가 기울기가 다시 증가함을 알 수 있다. 따라서, 본 연구에서 자유

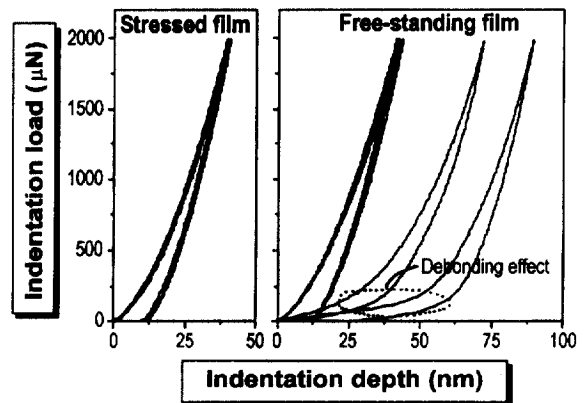


Fig. 6. Raw load-depth curves obtained from nanoindentation tests for stressed and stress-free films.

막의 압입하중-변위곡선은 debonding 효과가 없이 왼쪽으로 치우친 곡선 중에서 무응력 상태를 대표하는 중심부에 위치한 곡선을 선택하여 분석에 이용하였다. Au 박막에서도 동일한 방법으로 분석에 이용할 잔류응력이 걸린 증착박막과 무응력 자유막의 대표 압입하중-변위곡선을 선택하였고, 그림 7에서 두 박막에 대해 선택된 압입하중-변위곡선의 잔류응력에 따른 형상변화를 확인하였다. 무응력 상태의 자유막에 대한 압입하중 인가곡선이

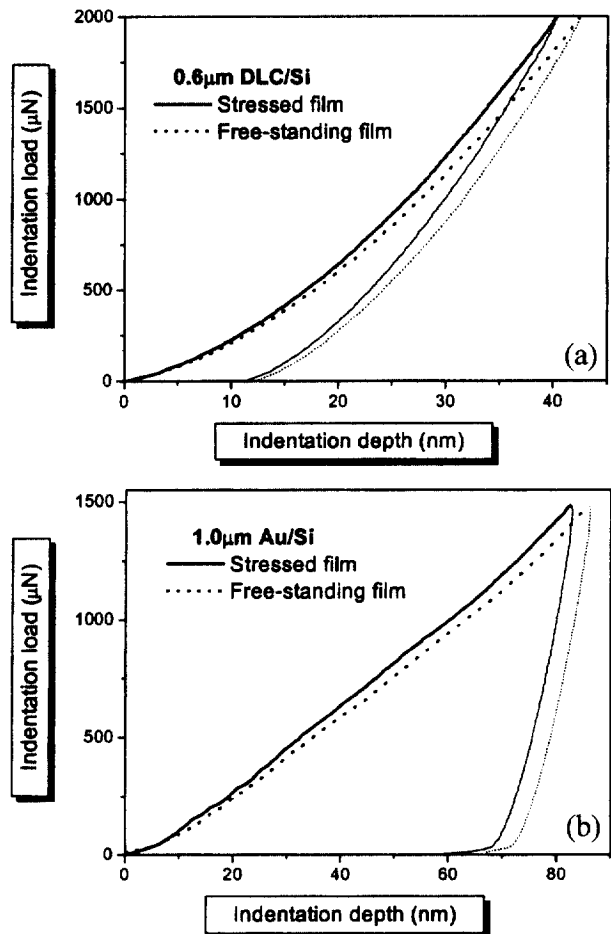


Fig. 7. Shape change in indentation load-depth curves for (a) DLC/Si and (b) Au/Si by the effect of thin film residual stress.

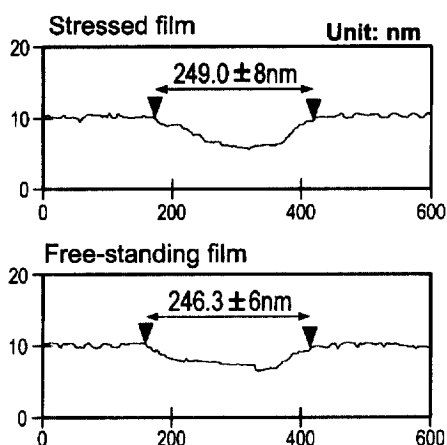


Fig. 8. Invariant contact lengths in DLC film regardless of residual stress.

잔류응력이 걸린 증착박막의 압입하중 인가곡선에 비해 오른쪽에 위치함을 통하여, 두 박막의 잔류응력은 압축응력임을 확인할 수 있었다.

또, 결보기 경도와 고유경도의 변화를 조사하기 위하여 압입 하중-변위곡선의 분석과 압흔관찰을 수행하였다. 기판에 증착된 다이아몬드성 카본 박막의 압입하중-변위곡선 분석을 통해 평가된 결보기 경도는 23.4 GPa로 무응력 상태의 자유막에 대한 분석결과인 21.1 GPa에 비해 10.9% 이상 과대 평가됨을 확인할 수 있었다. 반면, 그림 8의 원자단위현미경을 통해 얻어진 압흔 단면에서 측정된 DLC 박막의 접촉길이는 본 연구의 가정과 같이 잔류응력 상태에서 249.0 ± 8 nm, 무응력 상태에서 246.3 ± 6 nm로 1.1% 이내의 미소한 오차를 보이며, 이로부터 박막의 고유경도는 잔류응력 의존성이 없음을 확인하였다. 반면 Au 박막은 원자단위현미경을 이용한 압흔 관찰 결과, 복잡한 소성적 pile-up 양상에 의해 정확한 접촉면적의 평가가 불가능했다.

잔류응력 평가 과정의 일환으로 자유막의 하중제거곡선 분석에 평면펀치이론(flat punch theory)<sup>12)</sup>을 도입하여 박막의 탄성계수를 평가하였다. 우선 하중 제거곡선을 만족시키는 적합화 곡선을 얻고, 이 곡선의 미분을 통한 접선의 기울기에서 stiffness S와 변위축과 접하는 절편에서 접촉 깊이  $h_c$ 를 평가하였다. 이때 압입자/박막 표면 간의 접촉면적은 표준물질의 압입시험을 통해 실험적으로 보정된 식 (6)을 통하여 접촉 깊이에서 구할 수 있다.

$$A_c^2 = C_0 h_c^2 + C_1 h_c + C_2 h_c^{1/2} + C_3 h_c^{1/4} + C_4 h_c^{1/8} + C_5 h_c^{1/16} \quad (6)$$

여기서  $C_0$ 는 삼각뿔 압입자의 기하학적 형상에 근거하여 24.5로 고정되고,  $C_1$ 에서  $C_5$ 까지의 상수들은 실험적인 다항 적합화 (polynomial fitting)를 통해 구해진다. 또, stiffness S는 식 (7)을 통하여 최대 하중  $L_{max}$ 와 최대 압입깊이  $h_{max}$ 가 얻어지면  $h_c$ 의 식으로 표현할 수 있다.

$$S = \frac{L_{max}}{h_{max} - h_c} \quad (7)$$

압입자 및 박막의 탄성성질을 포함하는 환산탄성계수(reduced modulus;  $E_r$ )는 식 (8)을 통하여 S와 접촉면적  $A_c^0$ 로 표현되며,<sup>12,13)</sup> 박막의 탄성계수가 압입깊이에 무관한 것으로 가정하면

각 압입하중에 대한 하중제거곡선이 없더라도 식 (8)을 통하여 압입하중에 대응하는 접촉면적 및 접촉깊이를 평가할 수 있다.

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}S}{2\sqrt{A_c^0}} = \frac{\sqrt{\pi}L_{max}}{2(h_{max} - h_c)\sqrt{A_c^0}} \quad (8)$$

다이아몬드성 카본 박막과 Au 박막에 대해 평가된 환산탄성계수는 각각 493.2 GPa과 142.2 GPa로 나타났다. 압입자 및 박막의 탄성성질이 환산탄성계수에 미치는 영향은 식 (9)로 나타나며, 압입자의 탄성계수와 Poisson 비인  $E_i$ 와  $\nu_i$ 를 대입하면 박막의 탄성계수를 평가할 수 있다.

$$E_r = \left( \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \right)^{-1} \quad (9)$$

다이아몬드 압입자의 탄성계수와 Poisson 비를 각각 1141 GPa과 0.07로 고려<sup>17)</sup>하고, 다이아몬드성 카본 박막과 Au 박막의 Poisson 비에 문헌치인 0.2<sup>21)</sup>와 0.43<sup>22)</sup>을 대입한 결과, 각 박막의 탄성계수는 830.8 GPa과 132.3 GPa로 평가되었다. 그러나, 경질 다이아몬드성 카본 박막에서는 Poisson 비에 0.3을 대입하더라도 탄성계수의 감소는 5.2%에 지나지 않았고, 이것은 환산탄성계수에 미치는 Poisson 비의 영향이 크지 않음을 나타낸다.

다이아몬드성 카본 박막과 Au 박막에 대하여 표 1과 2에 여러 하중에서 접촉깊이를 평가하고, 이로부터 최대 압입깊이 유지

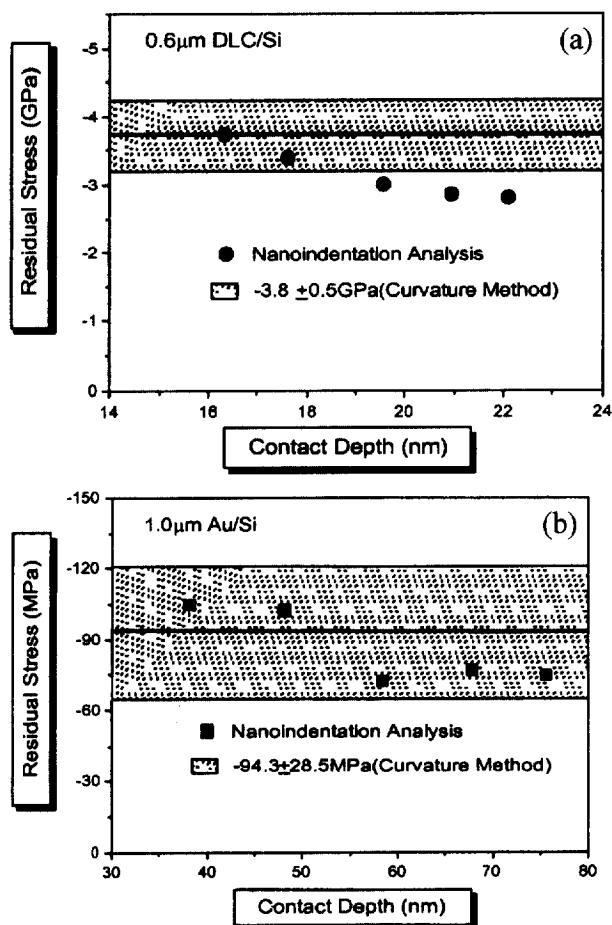


Fig. 9. Comparisons of the analyzed residual stress values for (a) DLC/Si and (b) Au/Si with the results from curvature method.

**Table 1.** Residual stress values of DLC film analyzed at various contact depths.

Indentation load ( $\mu\text{N}$ )	Maximum indentation depth (nm)	Residual-stress-induced normal load ( $\mu\text{N}$ )	Contact depth (nm)	Contact area ( $\text{nm}^2$ )	Analyzed residual stress (GPa)
1950	41.91	158.3	22.08	56059.5	-2.82
1850	40.59	147.3	20.92	51238.9	-2.88
1750	39.23	138.2	19.53	45720.4	-3.02
1650	37.80	132.0	17.57	38546.3	-3.42
1550	36.34	128.2	16.30	34227.6	-3.75

**Table 2.** Residual stress values of Au film analyzed at various contact depths.

Indentation load ( $\mu\text{N}$ )	Maximum indentation depth (nm)	Residual-stress-induced normal load ( $\mu\text{N}$ )	Contact depth (nm)	Contact area ( $\text{nm}^2$ )	Analyzed residual stress (MPa)
1450	84.36	79.47	75.60	1062624.7	-74.8
1250	75.95	70.56	67.81	915775.6	-77.1
1050	65.91	53.98	58.35	749486.1	-72.2
850	55.01	60.00	48.09	585475.8	-102.5
650	44.03	49.22	38.12	469661.2	-104.8

하에서 잔류응력을 완화시키는 모델링에 근거하여 잔류응력 유도 수직하중과 박막의 잔류응력을 평가하였다. 표 1과 2에서 살펴 볼 수 있는 것과 같이 압입시험을 통해 평가된 잔류응력은 압입하중 및 접촉깊이의 증가에 따라 점차 감소함을 확인할 수 있었다. 곡률법을 통해 다이아몬드성 카본 박막과 Au 박막의 표면 잔류응력치로 측정된  $-3.8 \pm 0.5$  GPa과  $-93.4 \pm 28.5$  MPa과 비교해 보면, 나노 압입시험을 통해 곡률법에 상응하는 잔류응력치를 평가하기 위해서는 압입자가 시편에 실제로 침투하는 접촉깊이가 박막 두께의 5% 미만임을 확인할 수 있었다. 이 영역 내에서 나노 압입시험을 통해 평가된 박막의 잔류응력은 다이아몬드성 카본 박막과 Au 박막에 대해  $-3.75$  GPa과  $-104.8$  MPa로 곡률법에서 측정된 평균 잔류응력치와 잘 일치함을 확인할 수 있었다. 일반적으로 나노 압입시험에서 분석되는 잔류응력은 국소영역의 잔류응력치라고 볼 수 있으며, 곡률법의 평균 잔류응력치와는 다른 값을 나타내게 된다. 그러나, 본 연구에서는 잔류응력 상태와 무응력 상태의 박막에 대해 각각 10회 나노 압입시험을 행하고, 이로부터 각 응력상태를 대표하는 압입하중-변위 곡선을 선택하여 분석함으로써 곡률법과 호환적인 결과를 나타내었다.

압입깊이 증가에 따른 잔류응력의 감소 경향은 두가지 측면에서 해석해 볼 수 있다. 우선 곡률법이 표면만의 잔류응력 정보를 포함하는 반면에 나노 압입시험을 통해 해석된 잔류응력은 박막 두께 방향으로의 잔류응력 변동에 대한 정보를 포함할 수 있다. 즉, 박막재료 전반에 대해 굽힘 잔류응력을 고려하면, 박막 표면부에서부터 내부로 침투함에 따라 잔류응력은 감소한다. 그러나, 본 연구에서는 박막 두께의 1/10 이하로 압입깊이를 극히 제한했으므로, 박막 내 두께 방향의 응력구배 영향은 미미한 것으로 사료된다. 또, 다른 설명으로는 소성변형의 영향을 고려해 볼 수 있다. 본 연구에서는 나노 압입시험시 잔류응력의 영향을 나타내는 부분을 접촉부 외부의 탄성 변형영역으로 확인하였다. 그러나 압입하중의 증가에 따른 소성변형 영역이 접촉부 외부로 크게 확장하면, 잔류응력의 영향을 받는 탄성영역이 압입

자로부터 멀어지게 되고 압입자가 느끼는 잔류응력의 영향도 둔감해지게 된다. 이에 따라 평가되는 잔류응력도 압입하중의 증가에 따라 오차가 증가하게 된다.

## 5. 결 론

나노 압입시험시 잔류응력에 따른 압입하중-변위곡선의 형상변화를 응력완화 과정과 관련지음으로써 다이아몬드성 카본 박막과 Au 박막의 잔류응력을 정량적으로 평가하였다. 기존의 곡률법을 이용한 측정과 호환적인 결과를 나타냄을 확인함으로써 나노 압입시험을 통한 잔류응력 측정 모델링의 타당성을 검증하였으며 구체적인 결론은 다음과 같이 정리할 수 있다.

1. 압축 잔류응력 하에서 동일 압입하중에 대해 최대 압입깊이는 감소하나 접촉면적과 고유경도는 잔류응력에 무관하게 1.1%의 오차범위 내에서 일정함을 DLC 박막의 원자단위현미경을 이용한 압흔 관찰 결과에서 확인할 수 있었다.
2. 잔류응력 의존성이 존재하는 압입하중 인가곡선의 형상변화와 의존성이 없는 접촉면적을 고려하여, 인장 및 압축 잔류응력에 따른 압입자/시편의 접촉형상 변화를 접촉부 주위의 탄성적인 pile-up과 sink-in 거동으로 모델링하였다.
3. 일정 최대 압입 깊이 제어하에 잔류응력 상태에서 무응력 상태로의 응력 완화시의 접촉 형상 변화 및 추가적인 잔류응력 유도 수직하중을 분석함으로써 잔류응력 평가식을 제시하였다.
4. 증착상태와 기판을 제거한 다이아몬드성 카본 박막과 Au 박막에 대해 동일한 조건으로 나노 압입시험을 행함으로써, 잔류응력에 따른 압입하중 인가곡선의 변화를 확인하였다. 이들 곡선을 다양한 압입하중에 대하여 본 연구에서 제시된 이론적인 분석기법을 적용하여 박막의 잔류응력을 평가하였다. 평가된 잔류응력은 다이아몬드성 카본 박막과 Au 박막에 대해  $-3.75$  GPa과  $-104.8$  MPa로 곡률법에서 측정된  $-3.8$  GPa 및  $-93.4$  MPa과 잘 일치하였다.

## 후 기

본 연구는 국가지정 연구실 사업을 통한 과학기술부의 연구비 지원으로 이루어졌습니다.

## REFERENCES

1. I. C. Noyan and J. B. Cohen : Residual Stresses, Springer-Verlag, New York, (1987)
2. A. W. Eberhardt, R. Pandey, J. M. Williams, J. J. Weimer, D. Ila and R. L. Zimmerman : Mater. Sci. Eng., **A229** (1997) 147
3. L. Karlsson, L. Hultman and J. E. Sundgren : Thin Solid Films, **371** (2000) 167
4. E. Uhlmann and K. Klein : Surf. Coatings & Technol., **131** (2000) 448
5. W. Fang and C.-Y. Lo : Sensors & Actuators, **84** (2000) 310
6. C. O. Ruud, P. S. DiMascio and J. J. Yavelak : Experimental Mechanics, **25** (1985) 338
7. A. J. Perry, J. A. Sue and P. J. Martin : Surf. Coatings & Technol., **81** (1996) 17
8. L. Bergman and R. J. Nemanich : J. Appl. Phys., **78** (1995) 6709
9. P. A. Flinn : Mater. Res. Soc. Symp. Proc., **130** (1989) 41
10. J. -H. Ahn, Y. Choi and D. Kwon : J. Kor. Inst. Met. & Mater., **38** (2000) 1606
11. Y. Choi, J. -H. Ahn, J. -K. Choi, W. -Y. Choo and D. Kwon : J. Kor. Inst. Met. & Mater., **39** (2001) 50
12. M. F. Doerner and W. D. Nix : J. Mater. Res., **1** (1986) 601
13. G. M. Pharr and W. C. Oliver : MRS bulletin, July (1992) 28
14. G. Sines and R. Carlson : ASTM bulletin, February (1952) 35
15. W. R. LaFontaine, C. A. Paszkiet, M. A. Korhonen and Che-Yu Li : J. Mater. Res., **6** (1991) 2084
16. J. H. Underwood : Experimental Mechanics, **13** (1973) 373
17. T. Y. Tsui, W. C. Oliver and G. M. Pharr : J. Mater. Res., **11** (1996) 752
18. A. Bolshakov, W. C. Oliver and G. M. Pharr : J. Mater. Res., **11** (1996) 760
19. S. Suresh and A. E. Giannakopoulos : Acta Mater., **46** (1998) 5755
20. T. Y. Tsui and G. M. Pharr : J. Mater. Res., **14** (1999) 292
21. N. B. Thomsen, A. C. Fischer-Cripps and M. V. Swain : Thin Solid Film, **332** (1998) 180
22. K. Y. Kim and W. Sachse : Thin Solid Film, **205** (1991) 176