

# 표면형상이 젖음각과 마이크로/나노 트라이볼로지 특성에 미치는 영향

윤의성, 오현진, 양승호, 공호성  
한국과학기술연구원 트라이볼로지 연구센터

## Effect of surface topography on wetting angle and micro/nano-tribological characteristics

Eui-Sung Yoon, Hyun-Jin Oh, Seung Ho Yang and Hosung Kong  
Tribology Research Center, KIST

**Abstract** - Effect of surface topography on the water wetting nature and micro/nano tribological characteristics of Si-wafer and PTFE was experimentally studied. The ion beam treatment was performed with a hollow cathode ion gun in different argon ion dose conditions in a vacuum chamber to change the surface topography. Micro/nano tribological characteristics, water wetting angles and roughness were measured with a micro tribo tester, SPM (scanning probe microscope), contact anglemeter and profilometer, respectively. Results showed that surface roughness increased with the argon ion dose. The water wetting angle of the ion beam treated samples also increased with the ion dose. Results also showed that micro-adhesion and micro-friction depend on the wetting characteristics of the PTFE samples. However, nano-tribological characteristics showed little dependence on the wetting angles. The water wetting characteristics of modified PTFE samples were discussed in terms of the surface topographic characteristics.

**Keywords;** Nano-adhesion, nano-friction, hydrophobic film, tribology, SPM

### 1. 서론

마이크로/나노 스케일에서의 표면 형상에 관한 연구는 SAM (self-assembled monolayer)과 같은 표면의 화학적 변화에 관한 연구와 함께 MEMS요소의 응착 및 마찰을 줄이기 위하여 시도되는 대표적인 연구방향의 하나이다[1]. 이러한 표면형상

변화에 관한 연구의 대표적 예로는 표면 텍스처링 (texturing)법[2], 미소돌기 형성법 (micro dimple formation)[3]과 같은 방법들이 있으며, 이러한 연구들은 실제 접촉면적 (real contact area)을 줄여서 미소 접촉부의 표면 상호작용력 (surface interaction force)을 감소시켜 응착력과 마찰력을 감소시킨다는 원리에 그 기반을 두고 연구되어지고 있다[4].

최근 이러한 미세 표면형상 변경 기술은 동물 및 식물의 기능 및 구조를 모방하려고 시도되는 이른바 mimetic technology와 맞물려 새로운 시각으로 연구되기 시작했는데[5], 그 대표적인 연구 중 하나가 "lotus effect (연꽃잎 효과)[6]"에 관한 연구이다. "lotus effect"란 연꽃잎이 나타내는 독특한 극소수성 (ultra-hydrophobicity) 및 자체 세정 (self-cleaning) 기능을 일컫는 것인데, 특히, 연꽃잎 표면에 코팅된 소수성 왁스 성분만에 의해서는 나타날 수 없는 이러한 극소수성 특성이 잎 표면에 존재하는 수많은 미소돌기들에 의해서 구현된다는 것이 최근 밝혀졌다.

이러한 식물의 표면구조를 모방하여 극소수성 특성을 보이는 표면을 형성하기 위한 연구가 최근 일본등의 선진국을 중심으로 새롭게 시작되고 있다. 특히 동경대학의 Watanabe 연구팀[7-8]에서는 acrylic polymer의 첨가에 의한 TEOS (tetraethyl orthosilicate)의 상 분리 (phase separation) 이후 FAS (fluoroalkylsilane) 코팅을 활용하여 극소수성 특성을 구현한 논문을 발표하기도 하였다.

하지만 이러한 극소수성 표면 구현에 관한 연구가 아직은 시작의 단계이기 때문에 상기한 예와 같이 대부분 복잡한 화학적 처리 공정을 필요로 한다는 단점을 가지고 있다. 또한 이러한 초 소수성 표면의 트라이블로지적 특성에 관한 연구는 실제로 전 세계적으로도 아직 발표된 예를 찾아볼 수 없다.

따라서, 본 연구에서는 상기한 바와 같은 복잡한 화학처리에 의한 방법 대신 아르곤 이온빔 주사법을 사용하여 상용 PTFE(polytetrafluoroethylene)의 표면 미소형상을 변경함으로써 극소수성 표면을 구현하려고 시도하였으며, 미소기기 및 MEMS에의 적용 가능성을 타진하기 위하여 micro-scale 및 nano-scale에서의 응착 및 마찰특성을 실험적으로 연구하였다.

## 2. 실험 장치 및 방법

### 2-1. 실험시편

실험에 사용된 평판 시편으로는 Si-wafer(100)와 PTFE를 아르곤 이온빔 표면개질 처리하여 사용하였다. Fig. 1에는 아르곤 이온빔 표면개질 처리 장치의 개요도를 나타내었으며, Fig. 2에는 아르곤 이온빔을 이용한 PTFE 표면의 표면형상 변화기구를 개략적으로 나타내었다. 1.5 keV로 가속된 아르곤 이온빔을 PTFE의 표면에 조사하면 비교적 결합력이 낮은 결정립계 (grain boundary)가 다른 부분보다 빨리 스퍼터링 되며 이때 조사하는 이온의 개수 (ion dose)를 조절하면 Fig. 2와 같이 나노스케일의 서로 다른 표면 형상을 갖는 PTFE 표면을 제작할 수 있다. 또한 표면형상 변화의 효과를 검증하기 위하여 사용된 Si-wafer(100)는 나노스케일의 표면형상 변화를 나타내기 위하여 상온에서 KOH를 사용하여 1분간 에칭 시킨 후 1.5 keV로 가속된 아르곤이온을 이용하여 표면을 균질화(regulation)시켜 제작하였다.

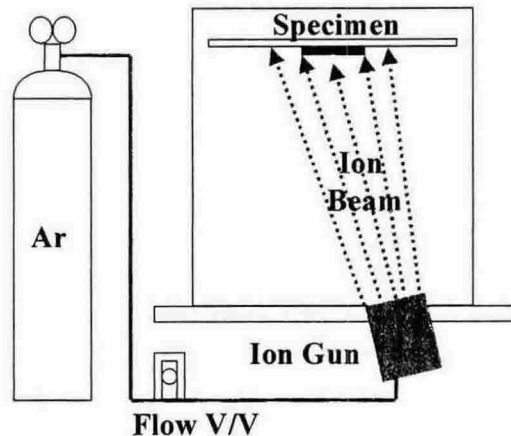


Fig. 1. A schematic diagram of ion beam assisted surface modification device.

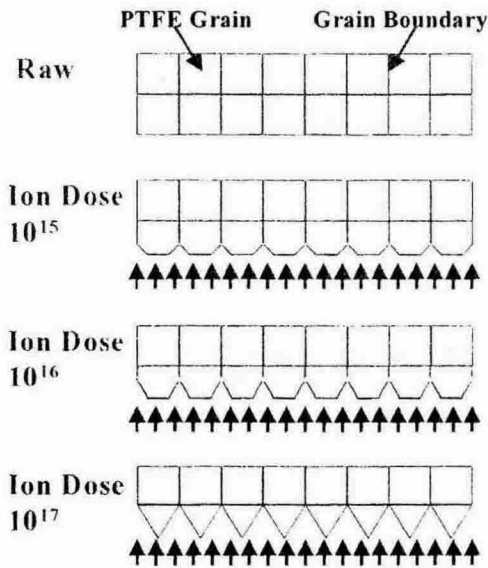


Fig. 2. A schematic illustration on the surface roughening method of PTFE samples using the argon ion bombardment.

Table 1에 각 시편들의 표면개질 조건 및 젖음각 (wetting angle)을 나타내었다. 시편표면의 젖음각은 Contact Anglemeter (ERMA, Goniometer type)를 사용하여 측정하였다.

Table 1. Characteristics of samples

Specimens	Surface Treatments	Wetting Angle (degree)
PTFE Plate	Raw	105
	Ar+ ion dose $10^{15}$	119
	Ar+ ion dose $10^{16}$	138
	Ar+ ion dose $10^{17}$	160
Si-wafer (100)	Bare Si	30
	KOH 1min. → Ar+ ion beam sputtering 20 min.	36
	KOH 1min. → Ar+ ion beam sputtering 5 min.	40
SPM Tip	$\text{Si}_3\text{N}_4$ , Tip radius=15 nm	
Ball	$\text{Si}_3\text{N}_4$ , $\phi$ 1 mm	

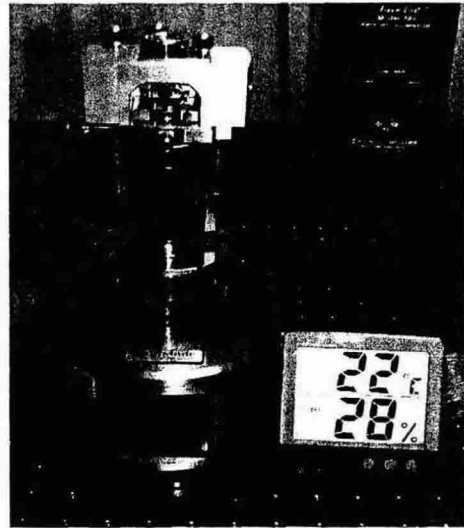


Fig. 3. Scanning probe microscope (SPM) system.

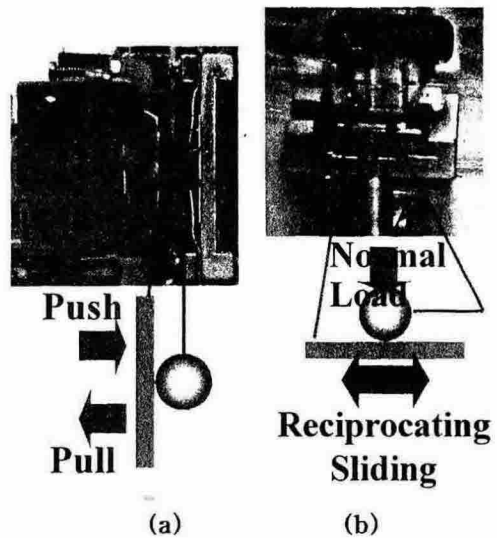


Fig. 4. Close-up view of (a) micro-adhesionmeter and (b) micro-tribometer.

SPM용 팁으로는 상용팁(D.I. Co.,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ )을 사용하였으며 마이크로 응착 및 마찰 실험시에는 직경 1 mm의  $\text{Si}_3\text{N}_4$  볼을 사용하였다.

## 2-2. 실험장치 및 방법

본 연구에서는 MEMS요소의 접촉 시 나타나는 나노 스케일 표면 요철간의 응착

및 마찰 현상을 모사하여 실험하고자, DI (Digital Instrument)사의 multimode SPM (NanoScope IIIa)을 사용하였으며, 실제 MEMS 요소간의 응착 및 마찰 현상을 모사 실험하기 위하여 자체 제작된 마이크로 응착 실험장치 및 왕복동 형식의 마이크로 마찰 실험장치를 사용하였다. Fig. 3 및 Fig. 4에 각각의 실험장치를 나타내었다.

나노스케일의 표면형상을 측정하기 위하여 tapping mode AFM을 사용하였으며, 응착력의 측정을 위하여서는 contact mode AFM을, 마찰력 측정을 위하여서는 LFM을 사용하였다. 팁은 스프링 상수가 0.58 N/m 이고 반경이 약 15 nm 정도인 oxide sharpened  $\text{Si}_3\text{N}_4$  tip (DI, NPS 20)을 사용하였다.

나노스케일의 표면 형상은 측정속도 4  $\mu\text{m/s}$  로 1  $\mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$  영역을 5번 이상 측정 한 후 그 평균값을 사용하였다. 응착력은 SPM tip과 평판간의 pull-off force를 force-displacement curve를 이용하여 측정 하였으며[9-11], 100 nm 간격으로 25 points 를 측정한 결과를 평균하여 사용하였다. 마찰력은 LFM mode에서 수직 하중을 40 nN 가하여 cantilever 와 수직인 방향으로의 scan 하면서 trace와 retrace 변화량을 이용하여 측정하였으며[11], 10 point를 측정 한 결과를 평균하여 사용하였다.

마이크로 스케일의 표면 거칠기는 profilometer를 사용하여 왕복거리 2 mm에서 4회 측정 후 평균값을 사용하였다.

마이크로 응착력은 Fig. 4에 나타낸 ball-on-disk 타입의 마이크로 응착 실험장치 (micro adhesionmeter)를 사용하여 측정하였다. 이때, 응착력은 직경 1 mm의  $\text{Si}_3\text{N}_4$  볼과 평판시편간의 pull-off force를 수직하중 100  $\mu\text{N}$ 에서 30 회 측정한 후 평균하여 사용하였다.

마이크로 마찰계수는 Fig. 4에 나타낸 ball-on-disk 타입의 왕복동 마이크로 마찰



(a) Bare Si, Ra=0.12 nm



(b) KOH 1 min  $\rightarrow$  Ar<sup>+</sup> treatment 20 min, Ra=0.38



(c) KOH 1 min  $\rightarrow$  Ar<sup>+</sup> treatment 5 min, Ra=0.57

**Fig. 5. Nano topographies of Si-wafer surfaces.**

실험장치 (micro tribometer)를 사용하여 측정하였다. 마찰력은 수직하중 100  $\mu\text{N}$ , 선속도 1 mm/sec로 4 mm를 왕복시의 마찰력을 평균한 값을 사용하였다.

실험시 대기 온도는 20-24 $^{\circ}\text{C}$  정도였으며, 상대습도는 20-30% 정도였다.

### 3. 실험 결과 및 고찰

#### 3.1. Si-wafer 나노스케일 표면 형상 변화의 영향

시편 표면의 나노스케일 표면형상의 변화가 젖음특성, 응착 및 마찰에 미치는 영향을 고찰하기 위하여 KOH 에칭 이후에

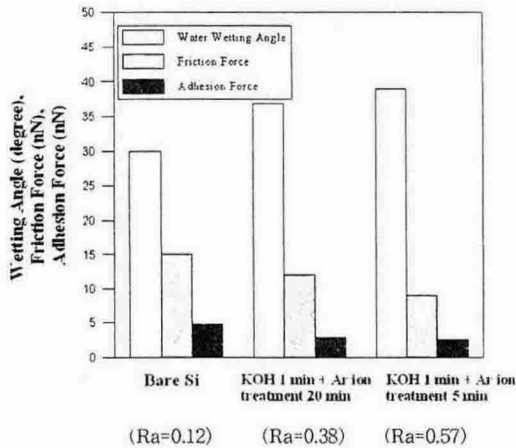


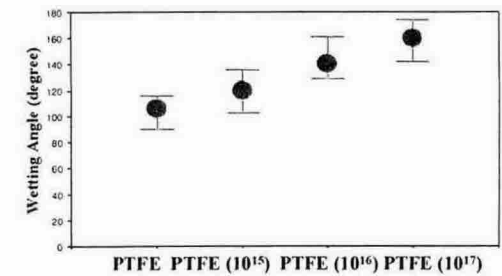
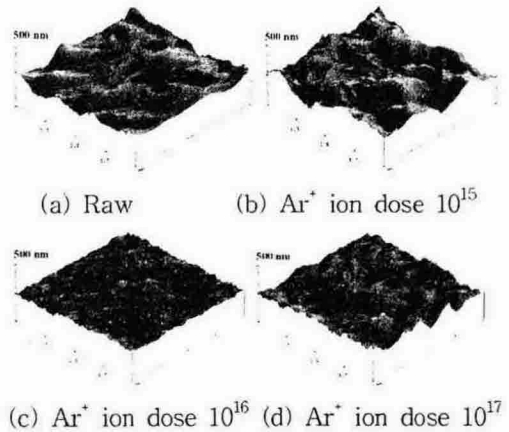
Fig. 6. Water wetting angle, adhesion and friction of Si-wafer samples.

아르곤 이온빔을 사용하여 표면의 형상을 변화시킨 Si-wafer (100)의 나노 표면형상을 Fig. 5에 나타내었다. KOH 에칭이후 아르곤 이온빔 에칭 시간을 증가시킬 경우 표면 미소요철들이 가속된 아르곤이온에 의해 균질화 되어 표면거칠기가 감소됨을 알 수 있었으며 이러한 성질을 이용하여 Fig. 5와 같이 서로 다른 나노스케일 표면거칠기를 가지는 Si-wafer 시편을 제작할 수 있었다.

나노스케일 표면 거칠기가 다른 3가지 Si-wafer시편의 젖음각, 응착력 및 마찰력 측정결과를 Fig. 6에 나타내었다. 나노 표면거칠기가 증가할수록 젖음각이 증가하는 것을 알 수 있었으며, 응착력과 마찰력은 표면거칠기의 증가에 따라 감소하는 경향을 나타냄을 알 수 있었다.

### 3.2. 이온 빔에 의해 표면 개질된 PTFE

아르곤 ion dose를 변화시켜 표면의 나노스케일 형상을 변경한 PTFE 시편들의 3차원 topography와 젖음각을 Fig. 7에 나타내었다. 아르곤 ion dose를 증가시킴에 따라 PTFE 시편들의 나노요철의 형상은 완만한 형상에서 날카로운 형상으로 변화되었고, 젖음각은 증가하였음을 알 수 있었으며 특히 ion dose  $10^{17}$ 으로 표면개질한



(e) Wetting angles

Fig. 7. 3D topography and water wetting angles of PTFE samples.

PTFE 시편의 경우 젖음각이  $160^\circ$ 까지 나타나는 극소수성을 나타내었다.

#### 3.2.1. 표면 형상과 젖음각

4가지 PTFE 시편들에 대하여 profilo-

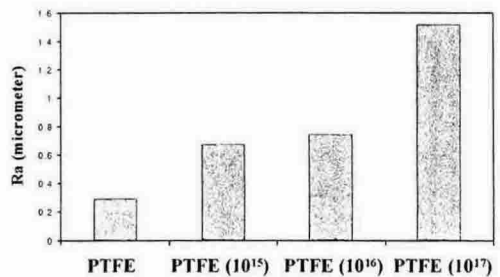


Fig. 8. Surface roughness( $R_a$ ) vs. argon ion dose of PTFE samples.

meter로 측정된 표면 거칠기를 Fig. 8에 나타내었다. 아르곤 ion dose를 증가시킬수록 표면거칠기( $R_a$ )가 증가하는 경향을 관찰할 수 있었다. 따라서 표면형상의 변화가 젖음각의 변화와 밀접한 관계가 있음을 알 수 있었다.

### 3.2.2. 나노 표면 거칠기 변화

Fig. 9에는 SPM을 사용하여 측정된 PTFE 시편들의 topography의 대표적인 단면형상을 나타내었다. 아르곤 ion dose를 증가시키에 따라 PTFE 시편표면 미소요철의 sharpness가 증가함을 알 수 있었으며, 따라서 미소표면형상의 변화가

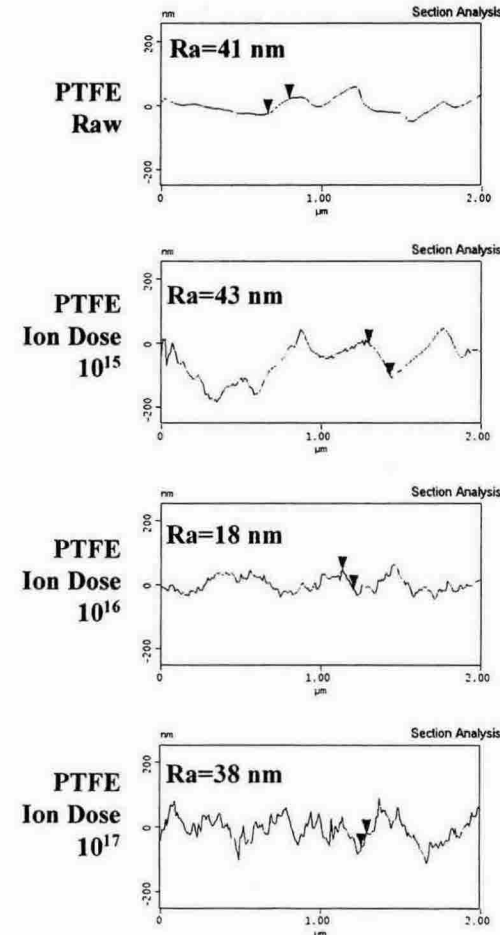


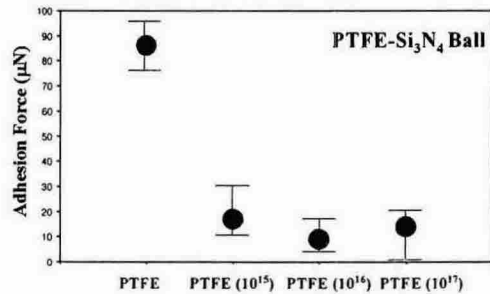
Fig. 9. 2D topography of PTFE samples.

PTFE 시편의 젖음특성에 큰 영향을 미쳤음을 알 수 있었다.

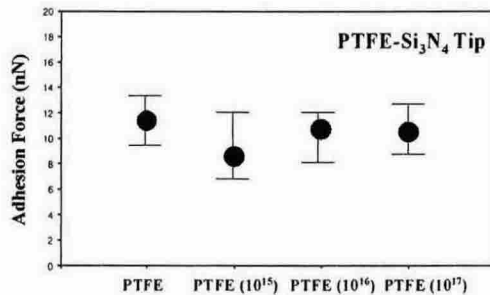
### 3.2.3. 마이크로/나노 응착 특성

Fig. 10에 마이크로 응착 실험장치와 SPM을 사용하여 측정된 PTFE 시편들의 응착력을 나타내었다. Fig. 7에서 알 수 있듯이 아르곤 ion dose를 증가시키에 따라 젖음각은 증가하였으며 마이크로 응착 실험장치로 측정된 응착력(Fig. 10(a))은 감소하는 경향을 나타내었음을 알 수 있었다. 이는 표면특성이 점차 소수성으로 바뀔 경우 응착력이 감소하는 결과를 나타내는 것으로 표면형상의 변화에 의하여 야기된 젖음특성의 변화가 마이크로 스케일의 응착특성에 지배적인 영향을 미침을 나타내는 결과로 사료되었다.

SPM으로 측정된 나노스케일의 응착력



(a) Micro-scale adhesion force



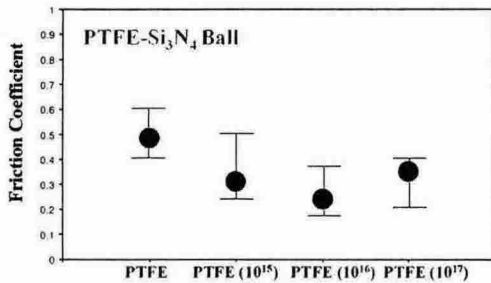
(b) Nano-scale adhesion force

Fig. 10. Adhesion vs. argon ion dose of PTFE samples.

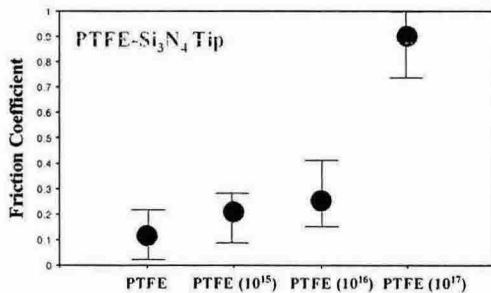
(Fig. 10(b))은 마이크로 응착 실험장치로 측정된 결과와는 다르게 측정된 젖음각의 변화와는 무관하게 일정값을 나타내었다. 이는 초 소수성을 나타낸 ion dose  $10^{17}$ 처리 시편의 경우에도 동일하게 나타났으며 따라서 표면형상의 변화에 의하여 야기된 젖음특성의 변화는 나노스케일에서의 응착력에는 영향을 미치지 못함을 알 수 있었다.

### 3.2.4. 마이크로/나노 마찰 특성

마이크로 마찰 실험장치와 SPM을 사용하여 측정된 PTFE 시편들의 마찰계수를 Fig. 11에 나타내었다. 아르곤 ion dose를 증가시키에 따라 젖음각은 증가하였으며 (Fig. 7) 마이크로 마찰 실험장치로 측정된 마찰계수(Fig. 11(a))는 ion dose의 증가에 따라 감소하는 경향을 나타내었음을 알 수



(a) Micro-scale friction force



(b) Nano-scale friction force

Fig. 11 Friction coefficient vs. argon ion dose of PTFE samples.

있었다. 따라서, 표면 형상의 변화로 야기된 젖음 특성의 변화가 마이크로 스케일의 응착특성에 지배적인 영향을 미쳤음을 알 수 있었다.

SPM으로 측정된 나노스케일의 마찰계수 (Fig. 11(b))는 마이크로 마찰 실험장치로 측정된 결과와는 다르게 측정된 ion dose의 증가에 따라 증가하는 경향을 나타내었다. 이러한 결과는 Fig. 10에서 관찰되듯이 ion dose의 증가에 따라 미소요철의 sharpness가 증가하며 이것이 local asperity slope를 증가시키게 되어 local friction을 증가시킨다는 Bhushan[4]의 연구결과와 일치하는 경향을 나타냄을 알 수 있다.

### 3.3. 미소 표면형상이 젖음각에 미치는 영향

전술한 바와 같이 아르곤 이온을 가속시켜 타격하여 나타나는 PTFE 표면의 미소요철 형상의 변화는 Fig. 10에서 나타난 바와 같이 나노스케일의 응착력에는 큰 변화를 나타내지 않았다. 이로부터 아르곤 이온빔 처리에 의하여 PTFE 표면의 화학적인 변화는 나타나지 않았다고 유추해 볼 수 있다.

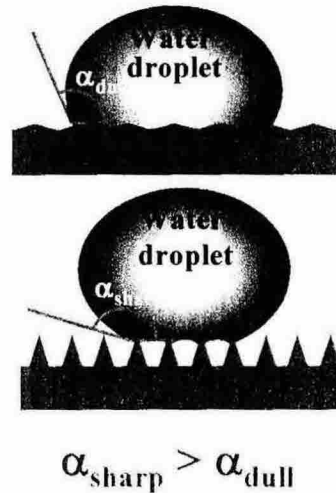


Fig. 12. Effect of asperity sharpness on the water wetting characteristic of PTFE.

따라서 마이크로 스케일의 응착과 마찰에 영향을 미친 것으로 나타난 젖음특성의 변화는 Fig. 10에서 알 수 있듯이 미소표면 요철의 형상이 물리적인 요소에 의해 지배적으로 영향을 받았음을 알 수 있었다. 따라서 표면 요철이 젖음각에 미치는 영향에 대하여 도식적으로 나타내면 Fig. 12와 같다. 즉, 표면의 화학적 특성이 동일한 박막이라 할 지라도 표면 요철의 sharpness가 증가할수록 젖음각이 과대하게 측정되어 나타날 수 있어, 표면 요철의 sharpness에 따라 겉보기 젖음각이 증가될 수 있음을 알 수 있었다.

#### 4. 결론

이상과 같은 실험 및 분석을 통하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 아르곤 ion dose의 증가에 따라 PTFE 표면의 젖음각이 증가하였으며 ion dose  $10^{17}$  처리 시편의 경우 극소수성 특성이 나타났다.
2. 아르곤 ion dose의 증가에 따라 PTFE 시편의 마이크로 스케일 표면거칠기 (Ra)가 증가하였으며 마이크로 응착 및 마찰이 감소하였다. 나노스케일의 표면 거칠기를 가진 Si-wafer에서도 같은 결과를 보여주었다.
3. 아르곤 ion dose의 증가 시 PTFE 표면 미소요철의 sharpness가 증가하였다.
4. 재료의 겉보기 젖음각이 재료표면 미소요철의 sharpness 증가에 따라 증가할 수 있음을 알 수 있었다.

#### 후 기

본 연구는 과학기술부가 지원하는 국가지정연구실사업의 연구비지원으로 수행되었습니다.

#### 참고문헌

1. Maboudian, R., Ashurst, W. and Carraro, C., "Self-assembled Monolayers as Anti-stiction Coatings for MEMS : Characteristics and Recent Developments", Sensors and Actuators A : Physical, Vol.82, pp.219-223, 2000.
2. Ando, Y. and Ino, J., "The Effect of Asperity Array Geometry on Friction and Pull-off Force", Journal of Tribology, Vol.119, pp.781-787, 1997.5.
3. Komvopoulos, K., "Surface engineering and microtribology for microelectromechanical systems," Wear, Vol.200, pp.305-327, 1996.
4. Bhushan, B., "Nanoscale tribo-physics and tribomechanics," Wear, Vol.225-229, pp.465-492, 1999.
5. Spencer, N.D., Lee, S., Perry, S.S. and Lim, M.S., "Approaches to biological and biomimetic lubrication", Proceedings of the 2<sup>nd</sup> International Workshop on Microtribology, Ishigaki Island, Japan, April 16-19, pp.12, 2002.]
6. Neinhuis, C. & Barthlott, W., "Characterisation and distribution of water-repellent, self-cleaning plant surfaces". Annals of Botany Vol. 79, pp. 667-677, 1997.
7. Nakajima, A., Abe, K., Hashimoto, K. and Watanabe, T., "Preparation of hard super-hydrophobic films with visible light transmission", Thin Solid Films, Vol.376, pp.140-143, 2000.
8. Nakajima, A., Saiki, C., Hashimoto, K. and Watanabe, T., "Processing of roughened silica film by coagulated colloidal silica for super-hydrophobic coating", J. of materials Science Letters, Vol. 20, pp.1975-1977, 2001.
9. 윤의성, 박지현, 양승호, 공호성, "SPM을 이용한 접촉조건 변화에 따른



- 미소응착 및 마찰특성 연구", pp.276-282, 2001.
- 한국윤활학회지 Vol.17, No.3, pp.191-197, 2001.
10. 윤의성, 박지현, 양승호, 한홍구, 공호성, OTS SAM의 미소응착 특성에 관한 실험적 연구, 한국윤활학회지 Vol.17, No.4, pp.276-282, 2001.
11. Yoon, Eui-Sung Park, Ji Hyun , Yang, Seung Ho, Han, Hung-Gu, Kong, Hosung, "An Experimental Study on the Adhesion at a Nano-contact", Wear(Accepted).