

SPM을 이용한 접촉조건 변화에 따른 미소응착 및 마찰특성에 관한 연구

윤의성[†] · 박지현 · 양승호 · 공호성

한국과학기술연구원 트라이볼로지 연구센터

A study on the Nano adhesion and Friction at Different Contact Conditions using SPM

Eui-Sung Yoon[†], Ji Hyun Park, Seung Ho Yang and Hosung Kong

Tribology Research Center, KIST

Abstract – Nano adhesion and friction characteristics between SPM(scanning electron microscope) tips and flat plates of different materials were experimentally studied. Tests were performed to measure adhesion and friction in AFM(atomic force microscope) and LFM(lateral force microscope) modes in different conditions of relative humidity. Three different Si₃N₄ tips (rdaii : 15 nm, 22 nm and 50 nm) and three different flat plates of Si-wafer(100), W-DLC(tungsten-incorporated diamond-like carbon) and DLC were used. Results generally showed that adhesion and friction increased with the tip radius, and W-DLC and DLC surfaces were superior to Si-wafer. But the adhesion force of Si-wafer showed non linearity with the tip radius while W-DLC and DLC surfaces showed good correlation to the "JKR model". It was found that high adhesion force between Si-wafer and a large radius of tip was caused by a capillary action due to the condensed water.

Keyword – micro/nano adhesion, friction, tip radius, SPM, relative humidity.

1. 서 론

최근 기계요소들이 소형화되고 의료용, 산업용으로 초소형 기계들이 제작되기 시작하면서 MEMS 기술에 대한 연구와 개발이 활발하게 진행되고 있다. MEMS는 전기와 기계부품을 일체화하여 만드는 초소형 정밀 기계로서, 그 응용분야로는 정보기록, 의료용, 바이오 테크놀로지 기기(다기능 능동형 내시경, DNA 조작기 등), 광학부품 및 디스플레이 등 다양한 분야에 적용되고 있다. 특히 실리콘과 다른 전자재료를 이용한 기술의 개발이 관심을 끌고 있으며 많은 연구자들에 의해 초소형 기어, 모터, 펌프, 밸브 등이 개발되어지고 있다 [1-3]. 이러한 MEMS를 구성하는 미소기계요소들은 작

동 시에 요소 자체의 크기가 작기 때문에 부피 일이나 관성력이 무시될 수 있으므로, 작은 고체 표면 사이의 상호작용력에 의해서도 심각한 영향을 받을 수 있다. 특히, 미소응착력으로 대표되는 이러한 미소표면간의 상호작용력은 MEMS 기계요소의 실제 제작 공정부터 사용 시까지 광범위하게 나타나기 때문에 이에 대한 근본적인 이해 없이는 MEMS 기계요소의 적절한 가공 및 사용은 많은 문제점을 가지고 있다고 할 수 있다.

여러 연구자들에 의해서 이러한 미소 표면간의 상호작용력에 관하여 최근 많이 연구되어지고 있으며, 특히, Maboudian[4], Komvopoulos[5], Bhushan[6] 등에 의해 MEMS 적용을 위한 미소응착력의 연구 동향에 대하여 총괄적으로 정리되어 발표되어진 바 있다. 이러한 분야의 연구는 과거에도 많은 관심을 가지고 연구자들에 의해 연구되어졌는데, Tabor와 Israelachvili는

[†]주저자 · 책임저자 : esyoon@kist.re.kr

Van der Waals력을 측정하였고[7], Johnson 등[8]과 Derjaguin 등[9]은 Hertzian 접촉에서 구형표면의 이론적 접촉면적을 계산하여 JKR 모델을 발표하였으며, Skinner 및 Gane[10]은 미소 수직력 조건하에서 표면간의 연속적인 마찰력을 측정하였다. 최근에는 미소응착력이 MEMS 구조물의 신뢰성과 수명에 큰 영향을 끼치는 중요한 요소로 대두되어, 미소응착력을 줄이기 위한 많은 연구들이 진행되고 있다. 이런 응착력을 줄이기 위한 방법으로는 organic film을 표면에 코팅하는 화학적인 방법[11]과 DLC 코팅[12] 및 접촉면의 형상을 변화시키는 방법[13] 등이 알려져 있다.

접촉면의 형상을 변화시키는 방법에 대하여는 Ando 등이 미소 하중하에서 응착력과 마찰력을 측정하고 이들간의 상호관계를 연구하였다[14]. 또한 미소응착력이 정전기력의 영향이 아주 작아 무시될 수 있다면 주로 Van der Waals력에 의해 발생된다는 점에 착안하여, Si-wafer의 표면 형상을 인위적으로 바꾸어 그때의 Si-wafer와 AFM의 scanning probe 사이의 마찰력과 미소 응착력을 측정하고, 응착력과 마찰력 및 응착력과 표면요철 형상 사이의 상관관계를 모델링 하였다[15].

본 연구에서는 미소응착 및 마찰 특성 연구를 위해 접촉면의 형상을 변화시키는 방법을 적용하였으며, 미소응착 및 마찰 실험을 위해 SPM(Scanning Probe Microscope)의 AFM(Atomic Force Microscope)과 LFM(Lateral Force Microscope) 기능을 이용하였다. 접촉면의 형상을 변화시키는 방법으로는 SPM tip 끝단 접촉부의 반경을 변경하였으며, 상대 접촉면은 nano-flat 평면인 Si-wafer, DLC 및 W-DLC 코팅면을 사용하였다. Tip과 nano-flat 평면간 pull-off force 및 lateral force를 측정함으로써 실제 미소하중 단일 요철(asperity)접촉을 상사한 조건에서의 응착력 및 마찰력 거동을 실험적으로 측정하고 분석하였다. 또한, 습도 조건을 변화시켜 수분의 영향이 젖음 특성이 다른 표면들의 응착 특성에 미치는 영향에 대하여 고찰하였고, 접촉 조건 변화와의 상관 관계에 대하여 고찰하였다.

2. 실험

2-1. 실험장치 및 시편

실험장치는 DI사(Digital Instrument Co.)의 multi-mode SPM을 사용하였으며, Fig. 1에 전체 측정 시스템의 모습을 나타내었다. SPM tip과 flat 표면간의 응

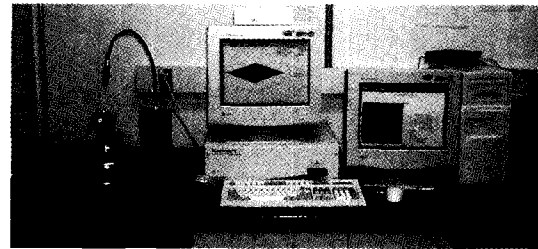


Fig. 1. A view of scanning probe microscope.

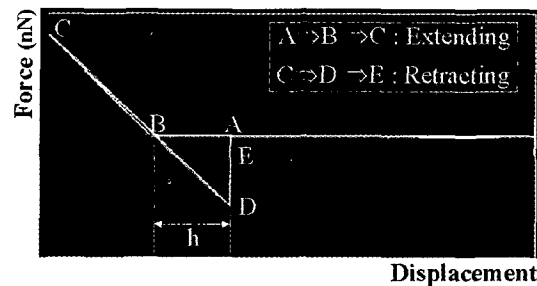


Fig. 2. Force vs. displacement plot showing the normal adhesion distance (h).

착력과 마찰력 측정 및 표면의 형상 측정을 위하여 SPM의 AFM과 LFM 기능을 사용하였으며, 모두 접촉 측정모드(contact mode)로 측정하였다.

미소 응착력은 Fig. 2에서와 같이 scope mode에서 수직하중을 50-100 nN 정도 부가한 후 제거하였을 때의 수직력과 수직방향 cantilever 변위의 그래프로부터, 수직방향의 cantilever 변위 값(h)을 환산하여 구하였다. 마찰력은 LFM(Lateral Force Microscope) mode에서 측정된 data를 사용하였다.

실험에 사용된 SPM용 tip은 재질이 Si_3N_4 인 것을 사용하였으며, 접촉부 반경이 각각 15, 22, 50 nm인 3가지 종류를 사용하였다. 접촉부 반경 15 nm(NPS, DI) 및 22 nm인(NP, DI) tip은 상용 제품을 사용하였으며, 접촉부 반경 50 nm인 tip은 NPS tip을 PR(photo resist)코팅 후 positive development에 의하여 tip 끝부분이 노출되게 한 후 불산(HF)을 사용하여 에칭(etching)하여 직접 제작하였다. 본 실험에 사용된 tip의 SEM(scanning electron microscope)사진은 Fig. 3과 같다.

실험에 사용된 flat 표면의 시편은 Si-wafer (100)와, Si-wafer 위에 DLC 및 W-DLC(텅스텐이 10 at% 함유된 DLC)를 코팅한 시편들을 사용하였다. DLC 및 W-DLC 코팅은 rf-PACVD(radio frequency PACVD)

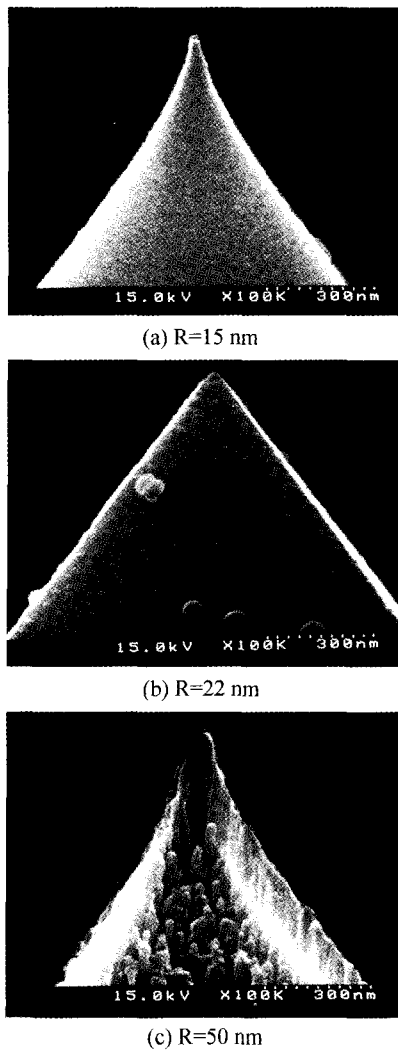


Fig. 3. SEM images of SPM tips of different radii of curvatures.

방법으로 1 μm 정도의 두께로 코팅한 것을 사용하였다. 각 시편의 소수성화(hydrophobic) 특성을 알아보기 위해 Contact Anglemeter(ERMA, Goniometer type)를 사용하여 수분접촉각(water contact angle)을 측정하였으며, 그 결과를 Fig. 4에 나타내었다.

2-2. 실험 방법

실험은 flat 시편인 Si-wafer, DLC 및 W-DLC에 대하여 서로 다른 선단 곡률반경을 가지는 SPM tip 시편을 이용하여 수직하중 50-100 nN 하에서 응착력과 마찰력을 측정하였다. 실험용 tip 및 plate 시편은

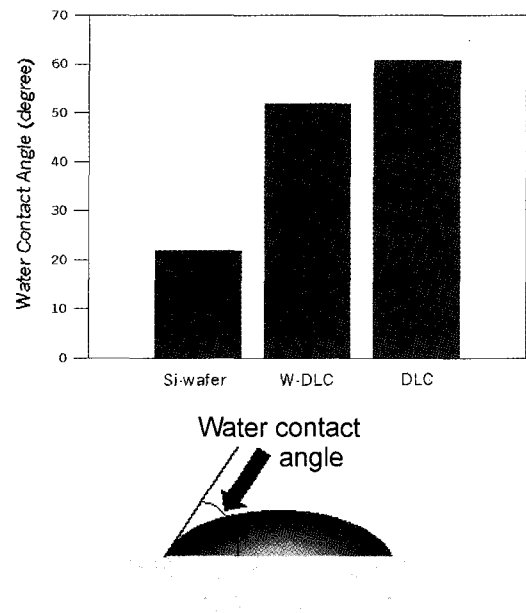


Fig. 4. Water contact angles of Si-wafer, W-DLC and DLC surfaces.

실험전에 에탄올로 세척 후 질소가스로 잔여 오염물질을 제거한 후 사용하였으며, 실험시 주변 환경 조건은 특별히 조건이 명시되지 않은 실험에 대하여는 상대습도 27-33% RH와 20-24°C의 온도조건 하에서 실시하였다. 수분의 영향이 젖음 특성이 다른 표면들의 응착 특성에 미치는 영향에 대하여 고찰하기 위하여 상대습도가 70%인 분위기 조건하에서 실험하였다. 응착력 측정의 경우는 plate 시편에서 20 μm \times 20 μm 의 면적 3 부위를 선정하여 각각 5 μm 간격으로 25 point를 측정된 결과를 종합 평균하여 사용하였으며, 마찰력 및 표면 형상 측정의 경우는 5 μm \times 5 μm 의 plate 시편 면적을 3회 이상 측정하여 평균하여 사용하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

3-1. 표면 형상

본 실험에 사용된 MEMS의 구조용 재료로서 널리 사용되는 Si-wafer(100)와 Si-wafer 위에 DLC와 W-DLC를 코팅한 표면의 형상을 AFM으로 측정된 결과는 Fig. 5와 같다. 그림으로부터 W-DLC와 DLC가 코팅된 표면의 돌기들의 형상과 높이분포는 Si-wafer와 큰 차이가 없음을 알 수 있었다. 표면거칠기(Ra)는 Si-wafer 표면이 0.148 nm, DLC 코팅 표면이 0.232 nm,

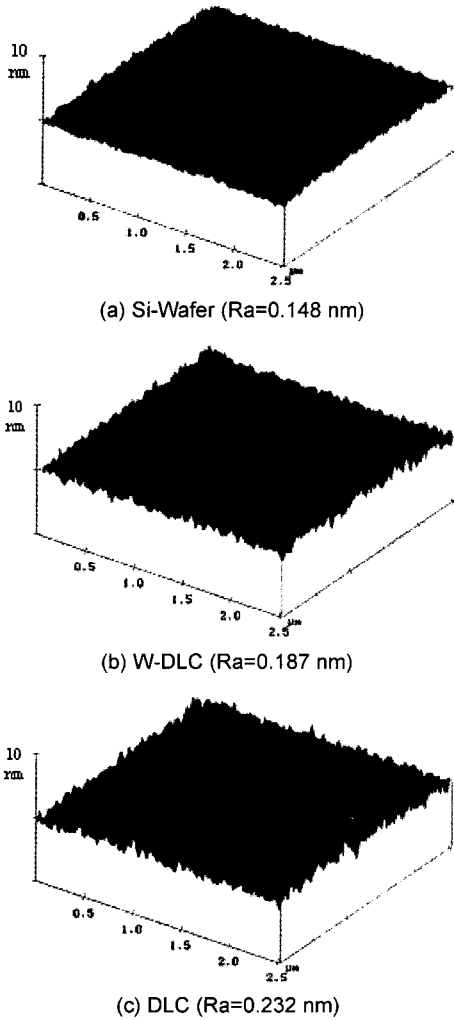


Fig. 5. AFM maps of Si-wafer, W-DLC and DLC surfaces.

W-DLC 코팅 표면이 0.187 nm 으로, DLC 코팅 표면이 약간 거칠게 나타났다.

3-2. 미소 응착력

Fig. 6은 Si-wafer의 표면과 tip 선단의 곡률반경이 15, 22, 50 nm인 tip들과 Si-wafer 표면간의 응착력 측정 결과를 보여주고 있다. Fig. 6으로부터 tip 선단의 곡률반경이 증가함에 따라 tip과 Si-wafer 표면간의 응착력이 증가하는 경향을 볼 수 있다.

Fig. 7은 tip 선단 곡률 반경의 증가에 따른 W-DLC와 DLC 코팅 표면과 tip 간의 응착력 측정 결과를 보여주고 있다. Fig. 7에서 tip 선단의 곡률 반경이

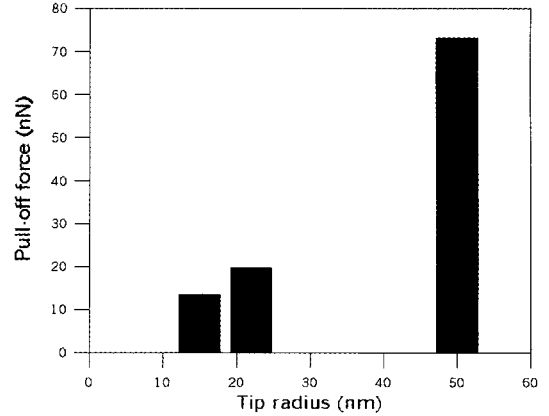


Fig. 6. Pull-off forces between Si-wafer and tips of different radii.

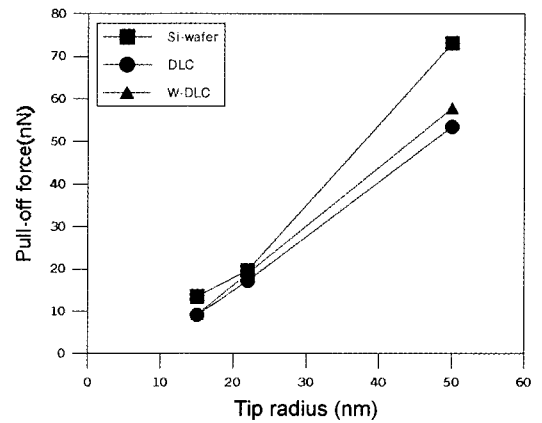


Fig. 7. Pull-off forces of W-DLC and DLC surfaces with respect to different tip radii.

증가함에 따라 tip과 W-DLC와 DLC 코팅 표면간의 응착력도 증가하는 경향을 볼 수 있다. 즉, 모든 경우에서 tip 선단의 곡률 반경이 증가함에 따라 응착력이 증가함을 알 수 있었다.

또한, DLC 코팅층에서의 응착력이 Si-wafer 표면에 서보다 작게 나타났는데, 이는 DLC 코팅층의 표면에 너지가 실리콘보다 적고[4], 수분 접촉각(water contact angle)이 커서 수분에 의한 영향이 적은 물리적 특성 때문으로 사료된다. DLC와 W-DLC 코팅층에서는 응착력의 차이가 크게 나타나는 않았지만, DLC 코팅층이 W-DLC 코팅층보다 약간 작게 나타났는데, Fig. 4의 수분접촉각 결과에서 보는 바와 같이 DLC 코팅층이 W-DLC 보다 수분접촉각이 커서 수분에 의한 영향이 작은 결과로 사료된다.

Fig. 7에서 W-DLC와 DLC 코팅층의 경우에는 Si-wafer 표면과는 다르게 tip 선단의 곡률 반경이 증가함에 따라 응착력이 선형적으로 증가하는 현상을 볼 수 있는데, 이는 K.L.Johnson 등[8]이 구형 접촉 표면에서 접촉 크기와 응착력의 관계를 표면에너지의 관점에서 연구하여 발표한 JKR 모델(식1)과 일치하는 결과를 보여주고 있다.

$$P_{pull-off} = -\frac{3}{2}\gamma\pi R \quad (1)$$

여기서, $P_{pull-off}$ 는 pull-off force, γ 는 두 표면의 응착 에너지, R 은 tip의 선단 반경이다. 그러나 Si-wafer 표면의 경우는 tip 선단 곡률 반경 증가에 따라 응착력이 증가하나 JKR 모델에서 제시한 바와 같이 선형적 비례 관계를 보이지 않는데, 이는 Si-wafer가 수분접촉각(water contact angle)이 22°인 친수성(hydrophilic) 표면이기 때문에, 실험 시 상대습도가 약 30% 이었음에도 불구하고 표면에 흡착된 수분에 의한 모세관력의 영향이 미세하나마 응착력에 기여하여 나타난 현상으로 사료된다.

3-3. 마찰력

Fig. 8과 Fig. 9는 Si-wafer, DLC 코팅층의 표면과 SPM tip 간의 마찰력 분포를 보여주고 있다. 두 그림 모두에서 tip 선단의 곡률 반경이 증가함에 따라 마찰력이 증가하는 현상을 볼 수 있다. Fig. 8 및 Fig. 9에서 보는 바와 같이 DLC 코팅층에서의 마찰력이 Si-wafer에서의 마찰력보다 작게 나타났다. 즉, 상대적으로 젖음 특성이 소수성인 표면이 미소 응착 특성 뿐만 아니라 미소 마찰 특성도 우수함을 알 수 있었다. 또한, 두 그림에서 tip 반경 증가에 따른 마찰력의 증가율도 Si-wafer보다는 DLC 코팅층에서 작게 나타났다. 이는 앞절에서 설명한 바와 같이 친수성을 띠는 Si 산화물 층의 존재에 의하여 Si-wafer 표면이 친수성화 되어, tip 반경 증가에 따라 마찰력의 증가율이 상대적으로 소수성인 표면보다 크게 나타난 결과로 사료된다.

3-4. 습도 변화의 영향

재료의 표면에 흡착된 습기는 재료 표면의 젖음 특성이 친수성일 경우에 부가적인 응착력을 나타낼 수 있음을 전술한 결과로부터 알 수 있었다. 즉, Si-wafer와 tip간의 접촉면에 흡착된 습기층은 Fig. 10에 나타난 바와 같이 tip 선단과 시편 plate간에 부가적으로

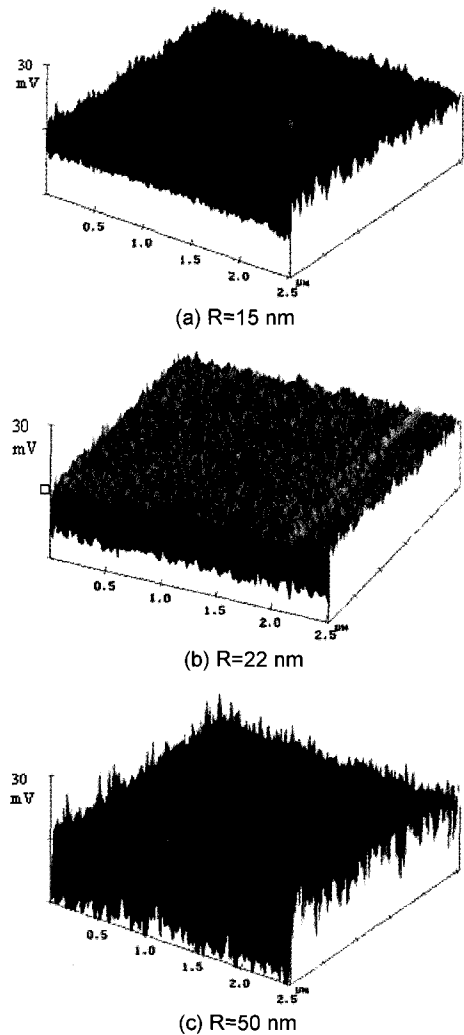


Fig. 8. Friction maps between Si-wafer and tips of different radii by LFM.

응착력을 발생시키게된다.

따라서, 상대습도가 증가할 경우 표면의 흡착 습기층이 응착력에 영향을 미칠 수 있는 가능성이 높아져, W-DLC나 DLC와 같이 젖음 특성이 Si-wafer보다 상대적으로 소수성인 재료도 흡착 습기층에 의하여 부가적인 응착력을 나타낼 가능성이 있다. Fig. 11은 상대 습도 70% 조건에서 접촉부 반경이 15 nm인 Si_3N_4 tip을 이용하여 응착력을 측정된 결과이다. 실험 결과에서 상대습도 30%에서는 Si-wafer와는 다르게 응착력도 낮고 흡착 습기에 대한 영향을 보이지 않았던 W-DLC와 DLC 코팅 표면이 상대 습도를 70%로 증

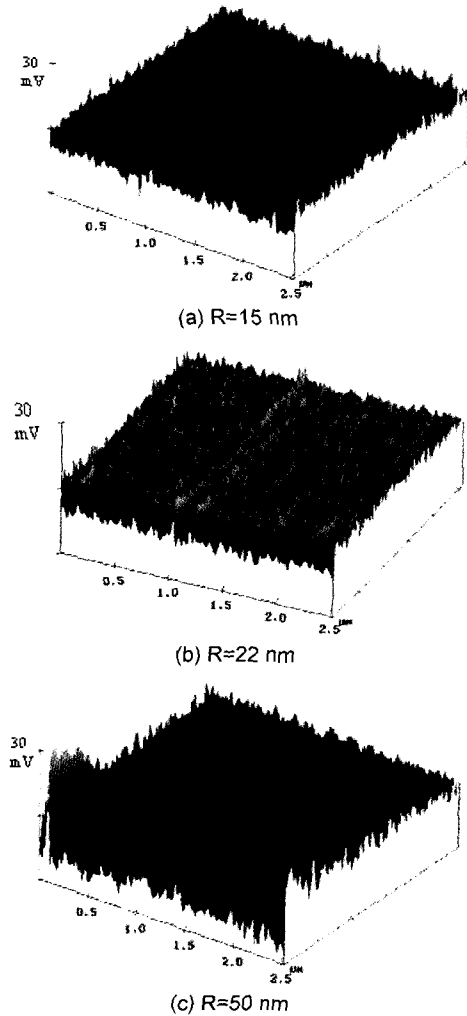


Fig. 9. Friction maps between DLC surface and tips of different radii by LFM.

가시켰을 경우에는 습도 증가에 따라 응착력이 증가하였으며 응착력도 Si-wafer와 큰 차이가 없음을 알 수 있었다. 상기 결과는 탄성 접촉 특성에 의하여 지배되던 미소 접촉시의 응착력이 상대습도가 증가하면서 흡착 습기에 의해 추가적인 응착력이 증가하고, 일정한 상대습도 이상에서는 흡착 습기에 의한 표면력에 의하여 주로 영향을 받음을 보여주고 있다.

4. 결 론

SPM을 이용한 접촉조건 변화에 따른 미소 응착 특성 및 마찰 특성에 대하여 이상과 같은 실험을 한 결

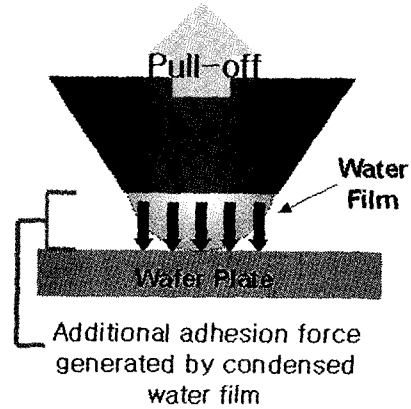


Fig. 10. A schematic explanation of the effect of condensed moisture on adhesion.

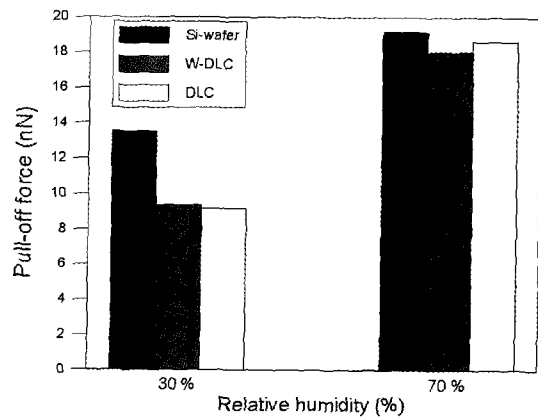


Fig. 11. Pull-off forces of si-wafer, W-DLC and DLC surfaces with respect to relative humidity (r=15 nm).

과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 재료간의 미소 응착력은 접촉하는 미세 돌기의 선단 곡률 반경의 증가에 따라 증가하였다. DLC 및 W-DLC 코팅층에서는 선형적으로 증가하는 경향이 있어 JKR 모델과 일치하였으며, Si-wafer의 경우는 선형적으로 증가되지 않았는데, 이는 친수성화된 표면에 흡착된 수분에 의해 추가적으로 발생된 표면력의 영향임을 알 수 있었다.
2. 미소 마찰력은 선단 곡률 반경의 증가에 따라 증가하였다. Tip 반경 증가에 따른 마찰력의 증가율은 Si-wafer보다는 DLC 코팅층에서 작게 나타났다.
3. 실리콘보다는 DLC 및 W-DLC 코팅층에서의 응착력과 마찰력이 작게 나타났다, 그러나 W-DLC와

DLC도 상대 습도 증가시 응착력이 증가하였으며, 높은 습도 환경에서는 상대적으로 소수성인 표면에도 흡착된 습기에 의해 부가적으로 응착력이 발생될 수 있음을 알 수 있었다.

후 기

본 논문은 과학기술부가 지원하는 21세기 프론티어 연구개발사업 중 지능형마이크로시스템 개발 사업의 지원을 받아 수행하였습니다. 본 연구를 위해 DLC와 W-DLC 코팅에 도움을 주신 KIST 박막기술연구센터의 이광렬 박사님과, SPM tip 가공에 도움을 주신 KIST 마이크로시스템센터의 문성욱 박사님께 감사드립니다.

참고문헌

- Muller, R. S., Howe, R.T., Senturia, S.D., Smith, R.L., White, R.M., *Microsensors*, IEEE Press, New York, 1990.
- Sze, S.M., *Semiconductor Sensors*, Wiley, New York, 1994.
- Trimmer, W.S., *Micromechanics and MEMS, Classic and Seminal Papers to 1990*, IEEE Press, New York, 1996.
- Maboudian, R. and Howe, R. T., "Critical Review: Adhesion in surface micromechanical structures," *J. Vac. Sci. Technol. B* 15(1), pp1-20, 1997.
- Komvopoulos, K., "Surface engineering and microtribology for microelectromechanical systems," *Wear*, Vol.200, pp.305-327, 1996.
- Bhushan, B., "Nanoscale tribo-physics and tribomechanics," *Wear*, Vol.225-229, pp.465-492, 1999.
- Israelachvili, J. N. and Tabor, D., "The measurement of Van der Waals dispersion forces in the range 1.5 to 130 nm," *Proc. R. Soc. London, A* 331, pp.19-38, 1972.
- Johnson, K.L., Kendall, K. and Roberts, A.D., "Surface energy and the contact of elastic solid," *Proc. R. Soc. London, A*324, pp.301-313, 1971.
- Derjaguin, B.V., Muller, V.N. and Toporov, Yu.P., "Effect of contact deformation on the adhesion of particles," *J. Colloid Interfaces Sci.*, 53, pp.314-325, 1975.
- Skinner, J. and Gane, N., "Sliding friction under negative load," *J. Phys. D*, 5, pp. 2087-2094, 1972.
- Maboudian, R., "Self-assembled monolayers as anti-stiction coatings for MEMS: characteristics and recent developments," *Sensors and Actuators A: Physical* Vol.82 Iss.1-3, 219-223, 2000.
- Houston, M.R., Howe, R.T., Komvopoulos, K., and Maboudian, M., "Diamond-like carbon films for silicon passivation in microelectromechanical drives," *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 383, 391, 1995.
- Alley, R.L., Mai, P., Komvopoulos, K. and Howe, R.T., "Surface roughness modification of interfacial contacts in polysilicon microstructures," *Proc. 7th Int. Conf. Solid-state Sensors and Actuators, Transducers '93*, Yokohama, Japan, 288-291, 7-10 June 1993.
- Ando, Y., Ishikawa, Y. and Kitahara, T., "Friction characteristics and adhesion force under low normal load," *Trans. ASME J. Tribol.*, 117, pp.569-574, 1995.
- Ando, Y. and Ino, J., "The effect of asperity array geometry on friction and pull-off force," *Trans. ASME J. Tribol.*, 119, pp.781-787, 1997.