

표면거칠기의 변화에 따른 a-C 박막의 나노마멸 거동

장영준 · 채영훈^{†*} · 나중주^{**} · 김석삼^{***}

경북대학교 대학원, *경북대학교 트라이볼로지연구소, **한국기계연구원, ***경북대학교 기계공학부

Nano Wear Behavior of a-C Films with Variation of Surface Roughness

Young-Jun Jang, Young-Hun Chae^{†*}, Jong-Joo Rha^{**} and Seock-Sam Kim^{***}

Dept. of Mechanical Engineering, Kyungpook National University

**Engineering Tribology Research Institute Kyungpook National University*

***Korea Institute of Machinery & Materials*

****School of Mechanical Engineering, Kyungpook National University*

Abstract – Nano-wear behavior of amorphous carbon films was studied by Atomic Force Microscopy. The a-C films are deposited on Si(100) substrate by DC magnetron sputtering method. The influences of different surface roughness on the nano-wear are investigated. Nano-wear tests were carried out using a very sharp diamond coated tip. Its spring constant was 1.6 N/m and radius of curvature was 110 nm. Normal force used in the wear tests ranged 0 to 400 nN. It was found that surface depression occurred during scratching because of plastic deformation and abrasive wear (cutting & ploughing). Wear depth increased linearly with normal force. Changing the surface roughness variables according to the bias pulse control, the less surface roughness decreased the wear depth. The thickness did not affect the wear resistance.

Key words – nano-wear, bias pulse control, AFM, surface roughness, diamond like amorphous carbon.

1. 서 론

MEMS에서 매우 작은 하중을 받는 상태에서 미끄럼 운동을 하는 부품들이 사용되어지며, 접촉표면간의 마멸율은 0(zero)까지 요구하고 있다[1]. 최근 AFM은 나노 트라이볼로지적 연구에 있어서 중요한 사용수단이 되었는데, AFM은 나노 스케일의 응착(Adhesion)[2], 마찰(Friction)[3], 기계적 물성치(Elastic modulus, Hardness)[4], 재료의 원자단위의 마멸(Wear)실험[5]에 널리 쓰여지고 있으며, 이것은 재료의 마멸이 금속 디칼커지니드의 연구를 통하여 AFM의 원자 크기로 측정될 수 있다는 것을 증명하였다. 그러나 더 우수한 마멸 모델을 개발하기 위해 국부적인 구조와 전자적인 특성뿐만 아니라 마멸의 근원을 고려해야 한다는 것이 Lieber에 의해 지적되었다[5]. 또한 경하중(light load)

에서의 미세마멸(microwear)은 벌크(bulk)물질의 특성이기 보다는 미끄럼 운동 표면의 특성 때문이라고 할 수 있다[6]. 그러나 실제 미끄럼 운동을 하는 표면에 대한 나노 마멸에 관한 연구는 상대적으로 부족한 편이다. 따라서 본 연구에서는 증착조건을 달리하여 표면이 개질 된(Surface modification) a-C films의 nano wear 특성을 AFM으로써 평가하여 일반 대기 중에서 실험적으로 고찰하였다.

2. 실 험

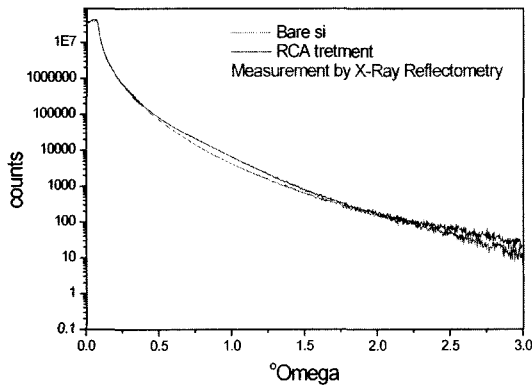
2-1. 시편

실험에 사용된 a-C 박막은 증착 조건(온도, Bias 전압 및 Bias 컨트롤)을 변화시키며 magnetron sputtering법에 의해 Si(100) 모재에 증착되었으며, 증착 친수성(hydrophobic)을 띠는 자연 산화막 (SiO₂ Layer) 과 불순물의 제거를 목적으로 RCA 습식 세정법(Table

[†]주저자 · 책임저자 : yhunchoe@knu.ac.kr

Table 1. Procedure for RCA cleaning

SC-1	NH ₄ OH + H ₂ O ₂ + H ₂ O = 1:1:5 Temp : 75~85°C Time : 15 min DI water → DHF(5%) → DI Water
SC-2	Hcl + H ₂ O ₂ + H ₂ O = 1:1:5 Temp : 75~85°C Time : 15 min DI water → DHF(5%) → DI Water → Dry(nitrogen gas)



Thickness of SiO ₂ layer before RCA treatment	Thickness of SiO ₂ layer after RCA treatment
23.36	4

Fig. 1. SiO₂ layer thickness measurement by X-Ray reflectometry.

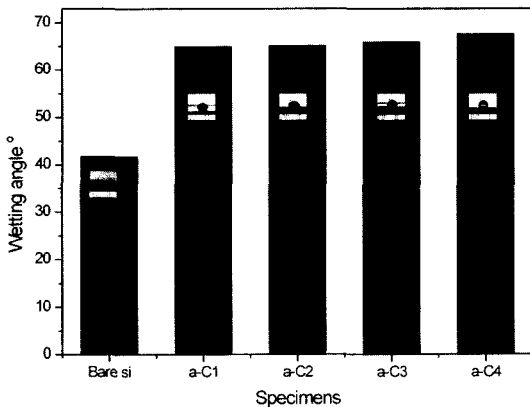


Fig. 2. Wetting angle exchanged by RCA cleaning.

1)을 이용하였다. 산화막의 제거확인을 위해 XRR을 이용하여 확인하였으며(Fig. 1), 증착이 끝난 후 접촉각(wetting angle)을 측정(Fig. 2)하여 소수성화의(Hydrophobic)정도를 확인하였으며 측정결과 친수성을 띠는 자연 산화막의 제거로 인해 소수성인 Si표면만이 남아 표면에너지가 낮아진 것을 알 수 있었다.

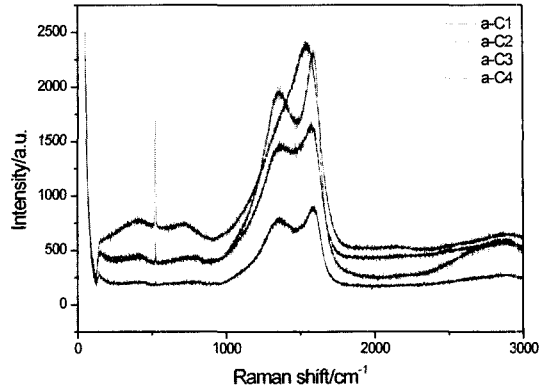


Fig. 3. Raman spectrum of a-C films.

박막의 구조와 두께 측정은 Raman 분석(Fig. 3)과 α -step을 이용하여 측정하였으며, 5번씩 다른 곳을 측정하여 평균하였다.

2-2. 실험

나노 스케일에서의 마멸거동을 실험하기 위하여 Multimode SPM, NanoScope IIIa를 사용하였고(Digital Instrument Company), 마멸시험을 위해 Contact Mode AFM을 이용하였다.

시험에 사용된 캔티레버의 길이는 85 μ m, 두께가 1 μ m, 폭이 38 μ m, 팁 반경이 110 nm인 스프링상수가 1.6 N/m인 Diamond Coated Tip을 사용하였다(Veeco, ULCT-DCBO). Fig. 4에 실험에 사용된 SPM과 Diamond tip의 형상을 나타내었다.

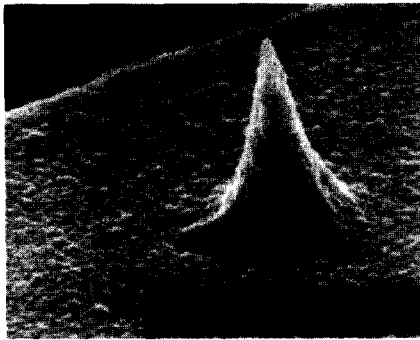
마멸시험은 수직하중 0nN~400 nN의 값을 이용하였으며, 2.8 μ m/s의 주사 속도로 2 \times 2 μ m의 영역을(Scan angle 0°) 각각 Scratch하였고, 수직하중을 최소화시킨 후 5 \times 5 μ m의 영역을(Scan angle 90°) 동일 팁으로 Image를 측정하였다.

또한 AFM Contact mode에서 수직하중은 Set-point Voltage로써 인가되는데, 힘-거리 곡선(Force-Displacement Curve)을 이용하여 Voltage 변화에 따른 곡선의 변화 정도를 측정하여 1차원 Hook's law를 통해서 구하였다. 모든 실험은 실내온도 23°C, 상대습도 50%에서 이루어졌다.

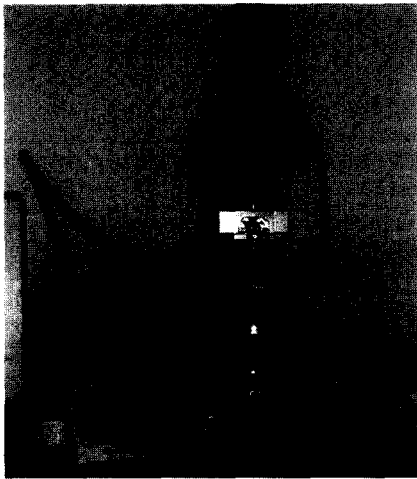
3. 실험 결과 및 고찰

3-1. 수직하중 인가방법

접촉식(Contact Mode) AFM에서의 수직하중은 Set-



(a)



(b)

Fig. 4. Diamond tip and AFM.

Point Voltage로써 주어지며, AFM으로 수직하중 신호(Set-Point Voltage)을 인가하면, 4개의 포토다이오드에서 받아들이는 신호가 출력 볼트 값으로 나타나게 된다. 이러한 힘 신호는 매 사이클마다 일정하지 않고 변화하여 정확한 힘 신호에 대한 조정이 필요하여 AFM의 수직하중 조절을 하였다. Fig. 5에 접촉식 AFM의 작동 개념도를 나타내었다. AFM system은 Scanner와 AFM Detection system으로 구성되며, 압전소자는 전기적 신호에 의해 시험편은 x, y, z 축으로 움직인다. Detection system은 캔틸레버에서 반사된 레이저 빔을 받는 4개의 Photodiode와 mirror로 구성된다. 4개의 Photodiode 아래·위 couple은 수직하중 신호와 시료의 높이에 대한 정보를, 좌·우 couple은 LFM(Lateral Force Microscopy)에서 마찰력에 대한 Lateral Force Signal을 받아들인다. Photodiode는 laser spot의 위치를 검출하며 캔틸레버의 변위의 변화를 출력신호로 주고, 이러한 laser spot 위치의 변화는 피드백 루프(Feed-

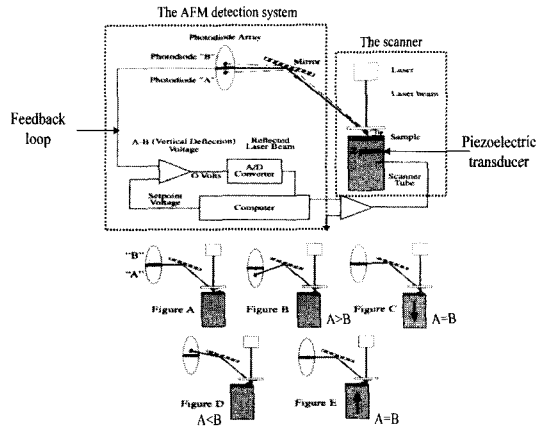


Fig. 5. Review of general operating concepts.

back loop)를 통해 제어 신호와 비교하여 변화한 캔틸레버와 laser spot의 위치를 자동적으로 보정하여 초기의 위치로 복원시켜 캔틸레버의 변위를 최소화 시킨다. 이러한 작동 개념으로부터 인덴테이션 원리(Principal of Indentation)를 생각할 수 있었고, 팁(Tip)에 가해지는 하중이 가장 최소인 점을 찾아, 그 지점에서부터 Set-Point Voltage(Apply Load Signal)에 따라 캔틸레버의 굽힘변형량을 계산하여 일차원 훅크의 법칙(Hook's law)에 대입하여 수직하중을 nN으로 환산하였다. 일차원 훅크의 법칙은 식(1)로 쓸 수 있다. 여기서 K 는 캔틸레버의 스프링 상수이며, δ 는 변형된 변위의 양이다.

$$F_n = K\delta \tag{1}$$

K : Spring Constant [N/m]

δ : Deflection

(= Deflection Sens \times Applied Voltage)

변형의 경우, 힘-거리 곡선의 기울기를 일정하게 하여 캔틸레버의 변형감도(deflection sensitivity)(nm/volt)가 1사이클동안 고정되게 하였다. 여기서 사용한 AFM mode로는 높이, 변형모드이며 각각 채널의 값을 받아 시험편 표면의 정보와 캔틸레버의 변형정도를 알 수 있었다.

수직하중에 가해지는 최소의 점을 찾는 것은 AFM 하중 조정모드에서 set-point zero값을 취하면 얻을 수가 있다.

또한 이러한 과정을 통해 마멸시험에서 초기 팁과 시험편의 접촉 시 생기는 초기마멸을 최소화 할 수가 있었다.

3-2. 나노마멸 실험

AFM은 일반적으로 고체 표면의 형상을 고해상도 (high-resolution)로 측정하기 위해 사용된다. 또한 이것은 고체표면에 AFM 팁을 접촉하여 이동하는 것에 의해 나노마멸 시험을 할 수 있다[6]. 고하중의 팁은 표면을 긁는데 이용되고, 굽힘 자국의 형상은 가벼운 하중이 가해진 동일 팁에 의해 측정된다. 일반적으로 스크래치 시험은 크게 두가지 방법이 있다. 하나는 선-스크래치(line-scratch)이며 다른 한 방법은 스캐닝-스크래치 법(Scanning-scratch)이다. 선-스크래치 법은 위치의 변화가 없으며 실제 실험 시 홈(groove)모양이 팁의 반경 때문에 오차를 가지므로 본 연구에서는 이러한 단점을 극복할 수 있는 스캐닝-스크래치 법을 이용하여 실험하였다.

Table 2에 마멸실험을 수행하였던 실험조건을 나타내어보았다.

3-3. Thickness

증착 시간과 진공도를 일정하게 하고, 온도와 바이어스 전압값과 바이어스 펄스제어(bias pulse control)를 통해 만들어진 a-C 시편의 두께를 측정해본 결과 증착시간이 동일하더라도 시편의 두께는 달랐다. 이는 챔버 내의 온도가 높을 경우, 탄소원자들의 운동에너지(kinetic energy) 상온보다 커지므로 스퍼터된 원자들이 모재에 더 잘 흡수되었다고 사료되며, 또한 두께와 수직하중에 따른 나노마멸 거동을 보면 마멸깊이와 코팅두께는 마멸저항에 아무런 영향이 없음이 관측되

Table 2. Condition of wear tests

Test items	Measurement of topography	
	a-C films	
Sample	Scanning-Scratching 23°C, 50% RH	
Test type		
Environment		
Load	0~400 nN	.
Scratch velocity	2.8 μm/s	5 μm/s
Scratch number	1 time	1 time
Scan rate	0.522 Hz	0.5 Hz
Scratch area	2 × 2 μm	5 × 5 μm
Scan angle	0°	90°
Slow scan axis	Enabled	Enabled
Sample line	512	512

Sample	a-C1	a-C2	a-C3	a-C4
Thickness [nm]	230	150	220	175
SD	2.64	2.08	2.64	3.1

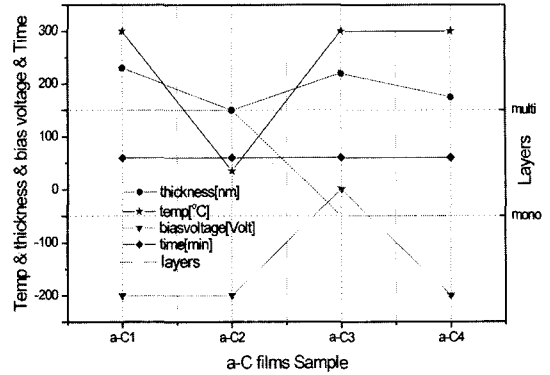


Fig. 6. Thickness exchanged by temp, bias volt, bias pulse control but same time.

었다. Fig. 6은 증착시간은 동일하나, 온도와 바이어스 전압, 바이어스 펄스제어에 따른 두께의 변화를 보여준다.

3-4. Surface roughness

바이어스 펄스제어를 통해 다층코팅과 단층코팅을 해봤을 때, AFM Contact mode로 측정한 결과, 표면 거칠기가 다층코팅이 낮게 나타났다. 이는 단층 코팅했을 때는 모재에 적용되는 탄소원자의 에너지 밀도가 높아져 표면 거칠기가 증가하였다고 사료되며, 표면 거칠기와 수직하중에 따른 나노마멸 거동을 살펴본 결과, 표면 거칠기가 낮으면 낮을수록 마멸깊이는 작아짐을 확인하였다.

Fig. 7은 수직하중이 0~400 nN인가되고, 표면 거칠기와 두께가 다를 때 나노마멸 거동을 보여준다.

3-5. Wear resistance

a-C1은 수직하중 80 nN이하에서는 탄성접촉이 이루어져 마멸이 없었지만, 수직하중 80 nN이상에서부터

Table 3. Surface roughness measurements by AFM contact mode

Sample	a-C1	a-C2	a-C3	a-C4
Surface roughness RMS [nm]	2.271	1.135	1.996	4.436
SD	0.082	0.037	0.207	0.345

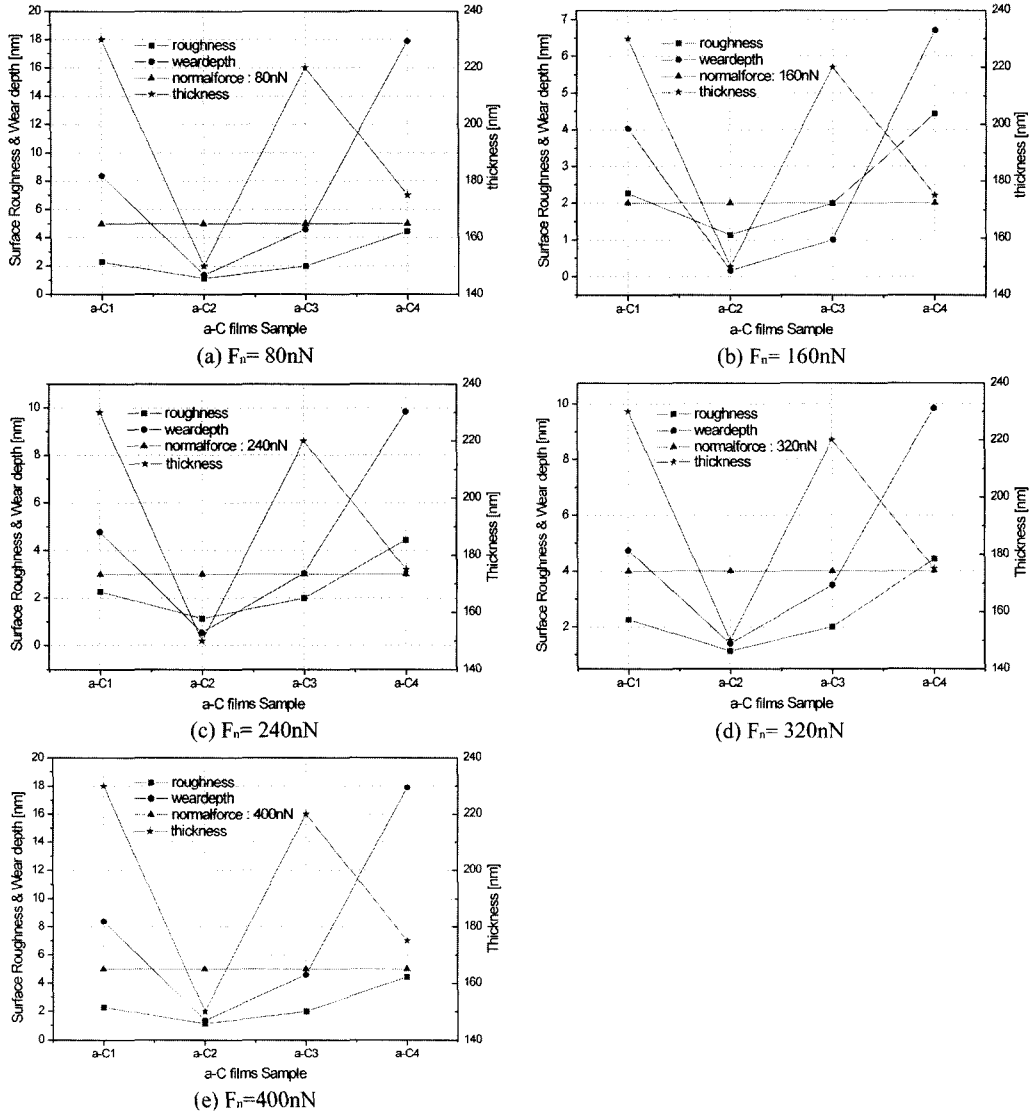


Fig. 7. Wear depth depends on surface roughness but independences on thickness in a-C films.

점차 박리가 발생하여 8 nm의 마멸깊이가 생겼다. 또한 상온에서 만들어진 a-C2, a-C3은 0~400 nN까지 거의 마멸(1.365 nm, 3.5 nm)이 일어나지 않았는데, 이것은 표면 거칠기가 낮아 팁과 표면돌기(asperity) 사이의 접촉이 거의 일어나지 않았기 때문으로 사료된다. a-C4은 수직하중 35 nN이하에서는 마멸이 없다가 수직하중 80 nN에서부터 마멸이 발생했으며, 마멸깊이 18 nm의 값을 가졌다. 이들 모두 연삭마멸(abrasive wear)가 일어났으며, 수직하중에 따른 마멸깊이는 선형적으로 증가하였으며 Fig. 8에 나타내었다.

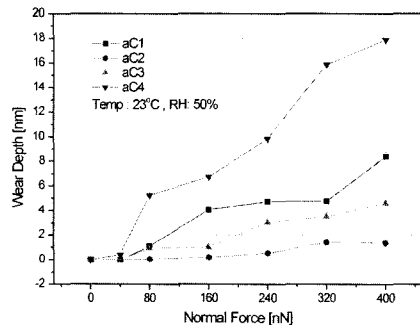


Fig. 8. Wear depth increases linearly according to normal force.

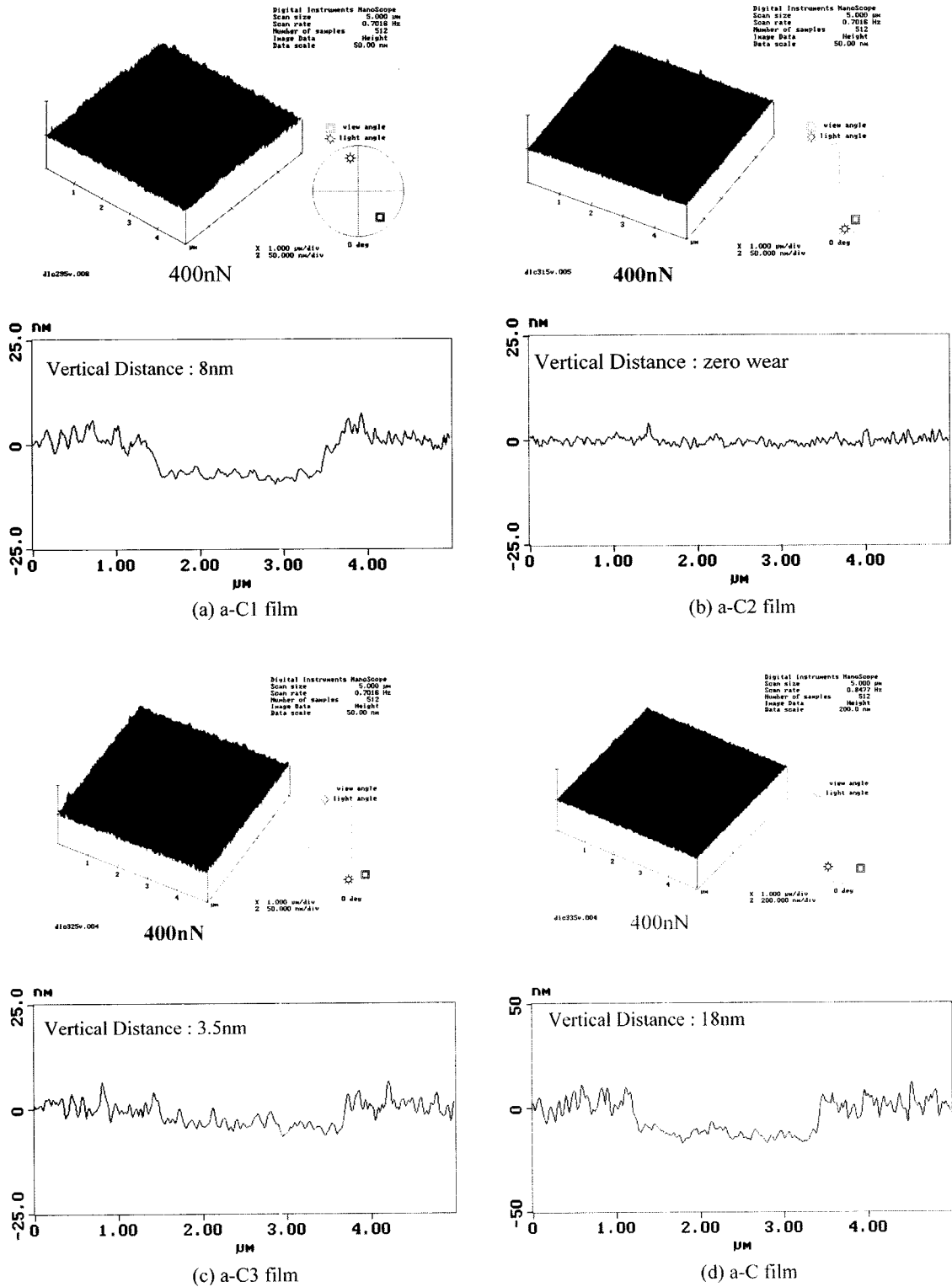


Fig. 9. AFM image of a-C films with normal force (400 nN).

또한 마멸시험 직후, 마멸흔적(wear mark) 바깥부분에 마멸입자가 존재함을 알 수 있었는데, 마멸입자는 반복적인 스캐닝으로 $5 \times 5 \mu\text{m}$ 의 면적 밖으로 이탈되었다. 이것은 a-C의 마멸 입자가 표면에 강하게 붙어 있지 못한 것을 알 수 있다[6]. Fig. 9는 수직하중에 따른 a-C 표면의 AFM image를 보여준다.

4. 결 론

본 연구에서는 AFM을 통해 a-C films의 나노마멸 거동을 살펴볼 수 있었다. Bias 펄스제어를 통해 다층 코팅을 하여 표면 거칠기를 줄여 마멸저항을 향상시킬 수 있었으며, 두께는 마멸저항에 영향을 미치지 못하였다. a-C2 films의 경우 거의 제로 마멸의 특성을 가졌다.

후 기

본 논문은 2002년도 한국학술진흥재단의 지원(KRF-2002-050-D00002)에 연구되었습니다. 본 연구를 위해 AFM tip과 실험장비 및 많은 조언을 해주신 KIMM 나종주 박사님께 다시금 감사의 말씀 올립니다.

참고 문헌

1. Andrei G. Khurshudov, Koji Kato and Hiroyuki Koide, "Wear of the AFM diamond tip sliding against silicon," *Wear*, 1997.
2. T. Miyamoto, R. Kaneko and Y. Ando, "Interaction force between thin film disk media and elastic solids investigated by atomic force microscopy," *Trans. ASME, J. Tribol.*, 1990.
3. Bharat Bhushan, "Nanoscale tribophysics and tribo-mechanics," *Wear*, 1999.
4. S.R. Cohen, G. Neubauer and G.M. McClelland, "Nanomechanics of a Au-Ir contact using a bidirectional atomic force microscopy," *J. Vac. Sci. Technol.*, 1990.
5. R. Kaneko, T. Miyamoto, Y. Andoh, and E. Hamada, "Microwear," *Thin Solid Films*, 1996.
6. Bharat Bhushan, "Handbook of Micro/Nano Tribology," CRC Press, Boca Raton, FL, 1995.
7. Digital Instruments, "Scanning Probe Microscope Instruction Manual," 1998.
8. I.G. Goryacheva, "Contact Mechanics in Tribology," Kluwer Academic Publishers.
9. W.C. Moon, Tatsuo Yoshinobu, and Hiroshi Iwasaki, "Nanotribology of Si oxide layers on Si by atomic force microscopy," *Ultramicroscopy*, 2001.
10. Shigeki Tsuchitani, Yasuyuki Sogawa, Reizo Kaneko, Shigeru Hirono, and Shireru Umemura, "Humidity dependence of microwear characteristics of amorphous carbon films on Silicon Substrates," *Wear*, 2003.