IBAD로 표면개질된 실리콘표면의 나노 트라이볼로지적 특성

윤의성, 박지현*, 양승호, 공호성, 장경영[1]
한국과학기술연구원 트라이볼로지 연구센터
[1] 한양대학교 기계공학부

Nanotribological characteristics of silicon surfaces modified by IBAD

Eui-Sung Yoon, Ji Hyun Park, Seung Ho Yang, Hosung Kong, Kyung Young Jhang[1]
Tribology Research Center, KIST
[1] School of Mechanical Eng., Hanyang University

Abstract - Nano adhesion and friction between a Si_3N_4 AFM tip and thin silver films were experimentally studied. Tests were performed to measure the nano adhesion and friction in both AFM(atomic force microscope) and LFM(lateral force microscope) modes in various ranges of normal load. Thin silver films deposited by IBAD (ion beam assisted deposition) on Si-wafer (100) and Si-wafer of different surface roughness were used. Results showed that nano adhesion and friction decreased as the surface roughness increased. When the Si surfaces were coated by pure silver, the adhesion and friction decreased. But the adhesion and friction were not affected by the thickness of IBAD silver coating. As the normal force increased, the adhesion forces of bare Si-wafer and IBAD silver coating film remained constant, but the friction forces increased linearly. Test results suggested that the friction was mainly governed by the adhesion as long as the normal load was low.

Keywords; *Nano-adhesion, nano-friction, IBAD, normal force*

1. 서론

최근 기계 시스템의 소형화 및 집적화의 요구에 따라 반도체 가공 기술을 이용하여 전기와 기계 부품을 일체와 하여 제작하는 MEMS 기술에 대한 연구가 활발히 진행되어 왔다. 이러한 MEMS 요소들은 device들의 작동 및 내구성 관점보다는 우선적으로 device의 제작 가능성에만 관심이 있었다. 그러나 device들이 어느 정도 개발되면서 device들을 안정적으로 작동시키기 위한 내구성 증가에 관하여 많은 관심을 갖기 시작하였다. Microdrive에서의 stiction문제[1], microvalve에서의 friction 및 stiction문제[2,3], microengine의 stiction 및 마멸문제[4] 등이 MEMS 요소들이 상대 접촉시 나타날 수 있는 대표적인 미소 트라이볼로지적 문제점들로, 이러한 부품들에 일반적인 유체 윤활제의 적용이 불가능하므로 이를 해결하기 위한 연구가 많이 요구되고 있다.

MEMS 요소에서는 자중이 무시되고, 구동력이 작으며, 표면력(surface force)이 관성력

(inertia force)보다 지배적으로 작용하며, 대부분 탄성 접촉을 한다는 점 때문에, 응착마찰이론(adhesion theory of friction) 및 쟁기질 마찰이론(plowing theory of friction) 등과 같은 기존의 이론으로는 MEMS 요소의 나노 스케일 접촉 상대운동에서 발생되는 마찰 마멸 문제를 해석할 수 없다. 이러한 문제를 해결하기 위하여 나노 스케일에서의 트라이볼로지적 문제들을 새로운 각도에서 연구하려는 시도들이 세계적으로 진행되고 있다.

Bhushan[5]은 이러한 나노 트라이볼로지적인 문제에 대하여 표면상호작용력 및 그 마찰 마멸 문제를 AFM(atomic force microscope)을 사용하여 해석하였으며, 이를 통하여 응착 현상이 나노 스케일에서의 마찰 및 마멸에 결정적 역할을 한다는 사실을 밝혀내었다. 또한 Bhushan[5], Israelachvili[6], Komvopoulos[7]는 나노 응착에 영향을 미치는 표면 상호 작용력을 정리하여 제시하였으며 Maboudian[8]은 SAM(self-assembled monolayer)을 통한 나노 응착 저감에 대한 가능성들을 제시하였다.

나노 트라이볼로지적 문제점을 해결하기 위하여 현재에는 크게 접촉 표면의 형상을 변화시키는 방법과 표면을 화학적으로 처리하는 방법의 두 분야로 연구되어지고 있다. 첫번째 방법에서는 접촉 표면의 형상을 변화시킴으로써 실 접촉면적 (real contact area)을 변화시켜 해결하려는 방법으로, surface micromachning을 통한 roughening 및 texturing이 주로 연구되어지고 있는데[9,10], 현재 사용되고 있는 대부분의 surface micromachning 방법들이 표면층의 roughness 뿐만아니라 waveness 성분까지 변화시키므로 MEMS부품의 공차에 영향을 줄 수도 있다. 두 번째 방법에서는 표면을 화학적으로 변화시킴으로써 이종의 박막을 표면에 형성시켜 나노 응착, 마찰 및 마멸을 줄이려는 방법으로, 현재 DLC(diamond-like carbon)[11], LB(Langmuir-Blodgett)[12], SAM(self-assembled monolayer)[13]등의 박막들이 연구되고 있다. DLC의 경우 증착 방법에 따라 표면 젖음 특성이 영향을 받을 수 있으며, LB 피막의 경우 그 특성상 모재와의 결합력이 낮기 때문에 마찰 및 마멸 저감을 위한 용도로는 그 사용이 불가능하다. 또한 최근 세계적으로 연구되고있는 SAM(self-assembled monolayer)의 경우에도 표면 소수성화 특성이 좋고 LB보다 모재와의 접착력이 좋지만 실제로 마찰에 장시간 노출 시 피막이 파손될 수 있다. 따라서 이러한 단점들을 보완하기 위하여 많은 연구들이 수행되고 있다.

따라서, 본 연구에서는 Si-wafer(100)의 표면을 화학적 etching 및 Ar ion beam etching을 통하여 나노 스케일에서 표면 형상을 변화시킨 후, 표면 형상 변화에 따른 나노 스케일에서의 응착 및 마찰 특성에 대하여 고찰하였다. 또한 소수성 특성을 가지는 순수한 은을 IBAD (ion beam assisted deposition)의 방법으로 Si-wafer 위에 증착시켜, 이를 통한 나노 스케일의 응착 및 마찰 저감 가능성을 연구하였다. 나노 스케일의 응착과 마찰 시험은 SPM(Scanning Probe Microscope)의 AFM(Atomic Force Microscope)과 LFM(Lateral Force Microscope) mode를 이용하였으며, Si_3N_4 tip을 사용하였다. 또한 수직하중 변화에 따른 나노 스케일의 응착과 마찰 특성에 대하여도 고찰하였다.

2. 실험 장치 및 방법

2-1. 시편

실험에 사용된 평판 시편으로는 Si-wafer (100)의 표면거칠기를 나노 스케일에서 변경한 시편들과 Si-wafer에 순수한(99.99%) 은을 IBAD의 방법으로 증착시킨 시편들을 사용하였다. Si-wafer의 표면거칠기를 변화시키기 위해 물중탕된 197℃ 의 KOH 용액에 1분간 etching하여 표면을 거칠게 한 후, 8.0

$\times 10^{-5}$ torr 정도의 진공하에서 1.5 keV를 가해주면서 발생된 Ar ion으로 3분, 10분간 sputtering 하여 표면을 변화시켰다. 3분 10분 동안 변화시킨 후의 표면과 bare Si-wafer 시편의 Ra는 0.57, 0.38, 0.12 이었다.

Si-wafer에 은의 코팅은 8.0×10^{-5} torr 정도의 진공하에서 1.5 keV를 가해주면서 발생된 Ar ion으로 1분간 sputtering 하여 표면 산화층을 제거한 후, 1.0 keV를 가해주면서 Ag를 0.1, 0.5, 1, 2 g을 evaporation 시키며 IBAD의 방법으로 증착시켰다. Fig. 1은 hollow cathode type의 ion gun이 진공용기 안에 장착되어 있는 IBAD 장치의 모습을 보여주고 있다. 코팅후 시편의 코팅 두께는 Alpha-step을 이용하여 측정하였으며, 코팅된 두께는 45, 100, 700, 1500 nm 이었다.

2-2. 실험 장치 및 방법

본 연구에서는 MEMS요소의 실제 접촉 시 나타나는 나노 스케일 표면 요철간의 응착 및 마찰 현상을 모사하여 실험하고자, DI (Digital Instrument)사의 multimode SPM을 사용하였으며, Fig. 2에 그 모습을 보여주고 있다. Surface image 및 응착력의 측정을 위하여서는 contact mode AFM을 사용하였으며, 마찰력 측정을 위하여서는 LFM을 사용하였다. 팁은 스프링 상수가 0.58 N/m 이고 반경이 약 15 nm 정도인 oxide sharpened Si_3N_4 tip (DI, NPS 20)을 사용하였다.

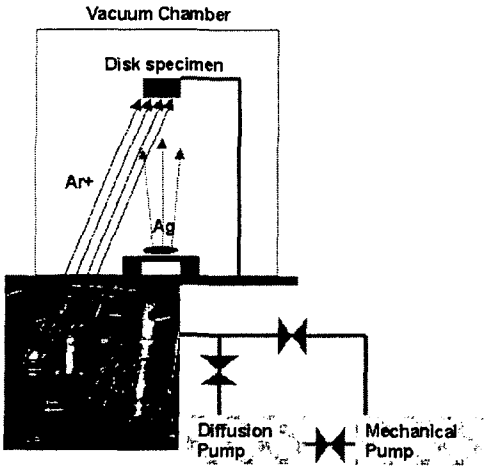
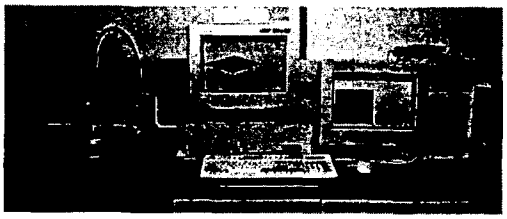


Fig. 1 A schematic view of IBAD system.

표면 거칠기는 측정속도 4 μm/s 로 1 μm $\times$1 μm 영역을 5번 이상 측정한 후 그 평균값을 사용하였다. 응착력은 SPM tip과 평판간의 pull-off force를 force-displacement curve를 이용하여 측정하였으며[14,15], 100nm 간격으로 25 points를 측정한 결과를 평균하여 사용하였다. 마찰력은 LFM mode에서 수직 하중을 약 40 nN 정도 가하고 cantilever 와 수직한 방향으로의 scan 하면서 trace와 retrace 변화량을 이용하여 측정하였으며[16], 10 point를 측정한 결과를 평균하여 사용하였다.

표면 형상을 Ra 0.12, 0.38, 0.57로 변화시킨 Si-wafer 와 IBAD로 증착시킨 45, 100, 700, 1500 nm 두께의 은 박막에 대하여 응착 및 마찰 실험을 행하였다. 또한 Si-wafer



(a) overall system

(b) scanning probe microscope

Fig. 2 SPM(scanning probe microscope) system.

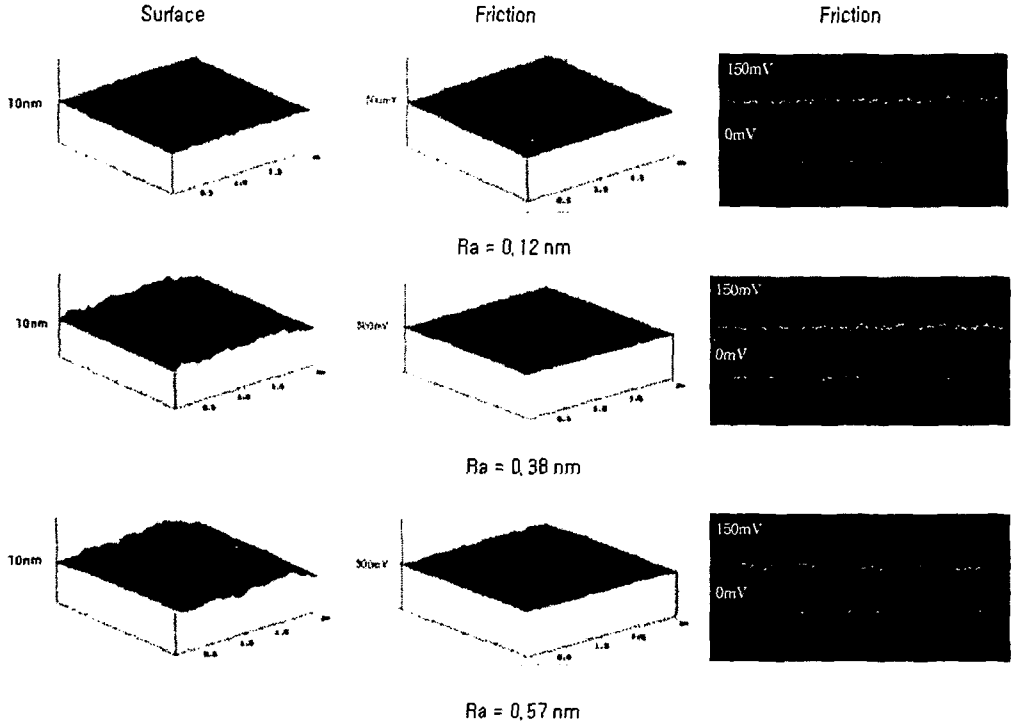


Fig. 3 Surface images, friction images and friction TMR values of Si specimens with different surface roughness (Ra) of 0.12, 0.38 and 0.57 nm after etching.

와 700 nm 코팅된 은 박막에 대하여 수직하중을 0 nN - 50 nN로 변화시키며 응착 및 마찰 실험을 하였다. 실험시 대기 온도는 23-25℃ 정도였으며, 상대습도는 40-45% 정도였다.

3. 실험 결과 및 고찰

3-1. 표면 거칠기의 변화

Fig. 3은 표면거칠기의 변화가 나노 스케일 접촉의 응착 및 마찰에 미치는 영향을 고찰하기 위하여 Si-wafer의 표면 형상을 변화시킨 시편의 표면 형상 및 마찰력의 SPM 측정 이미지 결과를 보여주고 있다. 본 연구에서 사용된 SPM tip의 접촉부 선단 곡률 반경이 약 15 nm[14]이었으므로 Si-wafer의 표면 거칠기(Ra)를 1 nm 이내에서 조절하려 시도하였으며, 실제로 변화된 Si-wafer의 표면거칠기 (Ra)는 0.12 nm, 0.38 nm, 0.57 nm 이었다. Fig. 3으로부터 Si-wafer의 표면 거칠기는 변화되었지만 표면 형상의 waveness 성분은 크게 변화가 없었음을 알 수 있었다.

Fig. 4는 표면거칠기 변화에 따른 응착력 및 마찰계수의 측정 결과를 보여주고 있다. 그림으로부터 표면거칠기가 증가함에 따라 응착력이 감소되는 경향을 볼 수 있는데, 이는 표면거칠기가 증가하면 SPM tip과 평판상의 미소 요철들 간의 실 접촉면적이 감소되어 나타나는 결과로 사료된다. 또한 표면거칠기의 증가는 마찰계수의 감소를 나타내었는데 이러한 결과도 실 접촉면적의 감소에 의한 결과로 사료되며, 따라서 Fig. 5 에서와 같이 응착력이 마찰력에 영향을 미쳤음을 알 수 있었다. 나노 스케일에서의 waveness 성

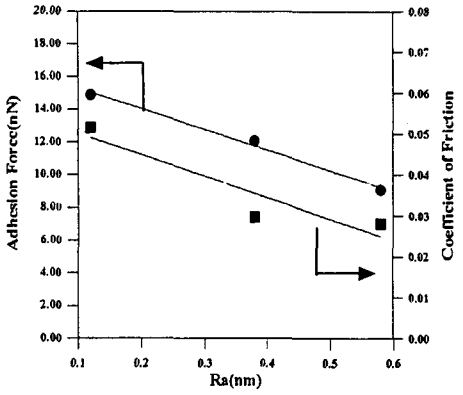
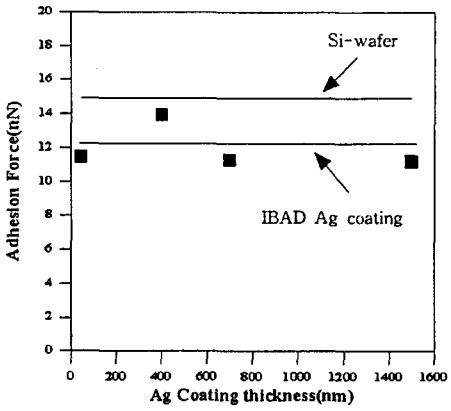
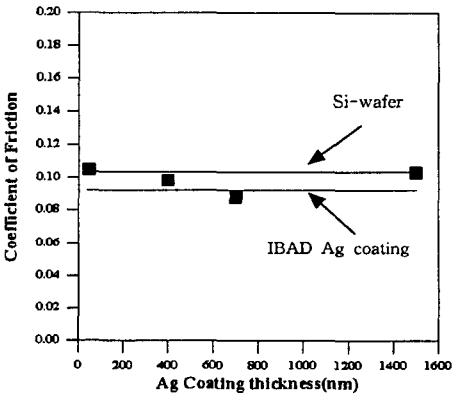


Fig. 4 Adhesion force and friction coefficient of silicon with the surface roughness.



(a) adhesion force



(b) friction force

Fig. 6 Adhesion force and friction coefficient of IBAD Ag coating film with the film thickness.

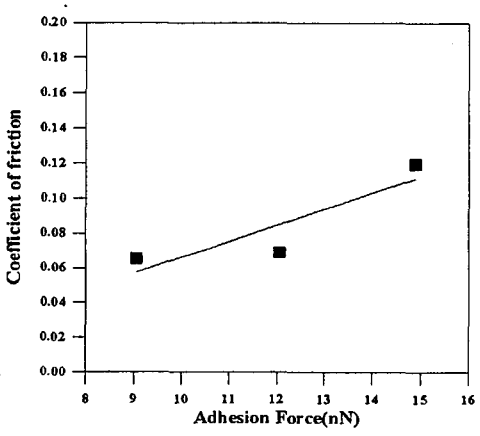


Fig. 5 The relation between adhesion force and friction coefficient.

분의 증가가 마찰력을 증가시킨다는 Bhushan의 연구결과[17]와는 다른 결과로서, 실제 MEMS 요소의 접촉부 표면 형상을 설계할 때 표면거칠기 변화가 응착과 마찰을 동시에 줄일 수 있는 새로운 방법임을 알 수 있었다.

3-2. IBAD Ag 코팅 두께 변화

금속 Ag는 젖음각 (wetting angle)이 80°인 소수성 재료로서 그 임계전단강도가 작기 때문에 경한 모재 위에 박막의 형태로 코팅할 경우 고체 윤활 효과를 나타낼 수 있는 재료로 알려져 있다. 본 연구에서는 은 박막을 나노 스케일에서의 응착 및 마찰 저감 방안으로서의 가능성을 실험적으로 확인하기 위해, Si-wafer의 표면에 IBAD의 방법으로 순수한 은 박막을 증착한 후 응착 및 마찰을 실험한 결과는 Fig. 6과 같다. Fig. 6으로부터 Si-wafer는 IBAD 은 박막 코팅에 의하여 응착과 마찰이 저감되었음을 알 수 있었다. 응착력의 저감은 은의 소수성 특성에 기인한다고 사료되나 마찰이 저감되는 현상은 본 연구에서 SPM tip에 가해준 수직력이 약 40 nN 정도로 작은 하중이 가해진 상태임을

고려한다면 은 코팅층이 박막이 아닌 bulk 재료와 같은 거동을 하였음을 알 수 있었다. 이는 은 코팅층의 두께 변화가 응착력과 마찰력에 큰 영향을 나타내지 못한다는 Fig. 6의 결과로부터 확인할 수 있었다. 따라서 IBAD 에 의해 코팅된 은 박막이 마찰을 저감시키는 이유는 응착력 감소에 의한 것임을 유추할 수 있었다.

3-3. 수직하중 변화

Fig. 7은 수직하중을 변화에 따른 Si-wafer와 IBAD Ag 코팅 시편 (700 nm)의 응착 특성변화를 보여주고 있다. Fig. 7으로 부터 수직하중의 변화에 따라 응착력의 큰 변화는 거의 없음을 알 수 있었다. 이것은 응착력이 기계적 변형에 영향받지 않는다는 JKR model(식1)과도 일치한다는 것을 알 수 있었다

$$F_a = -\frac{3}{2}\pi\gamma R \qquad (1)$$

여기서, F_a는 응착력, γ는 접촉하는 두 재료 간의 응착 일(work of adhesion), R은 접촉부의 곡률 반경이다. 식(1)로부터 응착력은 실험 결과와 같이 수직하중에는 영향받지 않음을 알 수 있었다.

또한 모든 하중에서 Si-wafer와 SPM tip 간의 응착력이 IBAD 은 코팅 표면과 SPM tip 간의 응착력보다 크게 나타났으며 이는 은 코팅 표면의 소수성 특성에 기인한다고 사료된다.

Fig. 8은 수직력 변화에 따른 IBAD 은 코팅 시편과 SPM tip, Si-wafer와 SPM tip 간의 마찰력을 보여주고 있다. 마찰력은 두 시편 모두에서 수직하중 변화에 따라 선형적으로 증가하였으며, 특히 두 시편 모두에서 수직하중이 0인 점에서도 마찰력이 존재함을 알 수 있었다. 수직하중이 없는 경우에도 마찰력이 존재하는 이유는 마찰력을 구성하는 성분 중에 응착력이 포함되어 있다고 유추해 볼 수 있다. 즉, SPM tip과 평판의 표면 사이에 수직하중이 부과되지 않았다 할지라도 응착력은 존재하므로 응착력이 마찰력의 성분으로 나타날 수 있다. 이를 식으로 표현하면 다음과 같다.

$$F_F = \mu_m F_N + F_0 \qquad (2)$$

이때, F_F 는 마찰력, F_N은 수직하중, F_0는 수직하중이 없을 때의 마찰력을 나타내며 μ_m은 F_F와 F_N간의 직선의 기울기이다. 이때 F_0가 응착력의 영향을 받아 발생된

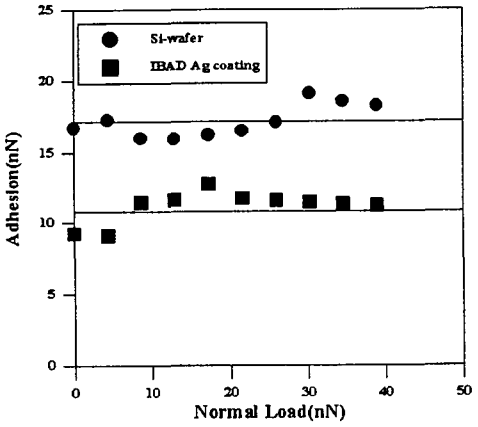


Fig. 7 Adhesion force of bare Si-wafer and IBAD Ag coating film with the normal load.

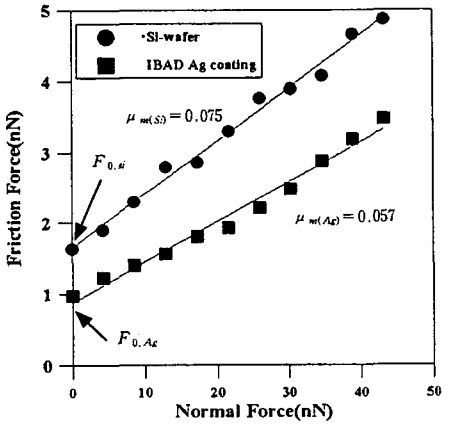


Fig. 8 Friction force of bare Si-wafer and IBAD Ag coating film with the normal load.

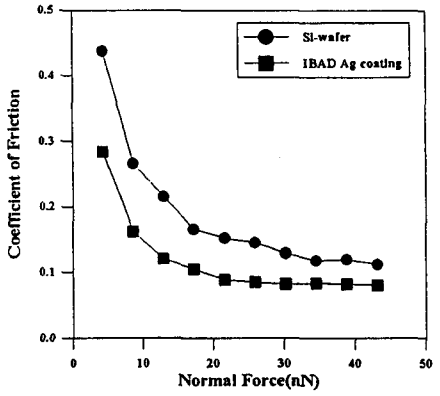


Fig. 9 Coefficient of friction of bare Si-wafer and IBAD Ag coating film with the normal load.

마찰력을 나타낸다. Fig. 8에서 $F_{0,Si}$ 이 $F_{0,Ag}$ 보다 크게 나타난 것은 앞의 결과와 같이 Bare Si-wafer의 응착력이 IBAD Ag 코팅 시편에 비해 크기 때문이다. 또한, fig. 8에서 직선의 기울기(μ_m)는 일반적으로 마찰계수를 나타내나, 마찰계수가 마찰력을 수직하중으로 나누어준 것이므로, 나노 스케일에서의 마찰계수는 이러한 직선의 기울기(μ_m)와 응착력에 의해 발생된 마찰력(F_0) 성분이 모두 고려되어야 한다. 따라서, Bare Si-wafer의 직선의 기울기가 IBAD Ag 직선의 기울기보다 크고, 응착력에 의해 발생된 마찰력 성분($F_N=0$에서의 F_F)도 IBAD Ag 코팅시편보다 크기 때문에, Bare Si-wafer의 마찰계수가 IBAD Ag 코팅층에 비해 큼을 알 수 있었다.

Fig. 9는 수직하중 변화에 따른 마찰계수 측정 결과를 보여주고 있다. Si-wafer와 IBAD 은 코팅층 모두에서 마찰계수가 수직하중이 증가할수록 일정 값으로 수렴해 가지만, 수직하중이 작을 경우에는 급격히 증가하는 경향을 나타내었다. 따라서, Fig. 8 과 Fig. 9의 결과를 종합하면 식 2로부터 마찰계수는 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$\mu = \mu_m + \frac{F_0}{F_N} \quad (3)$$

여기서, μ는 본 논문에서 사용한 마찰계수이며, 식(3)으로부터 수직하중이 작아지면 작아질수록 마찰계수는 응착력의 영향이 점차적으로 커져서 무한에 가까운 값을 가지게 되고, 반대로 수직하중이 커질수록 마찰계수는 응착력에 의한 마찰력의 영향이 작아져 μ_m 으로 수렴하게 됨을 알 수 있었다.

4. 결론

이상과 같은 실험 및 분석을 통하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) Si-wafer 표면의 거칠기가 증가함에 따라 응착력과 마찰계수가 모두 감소하였다

(2) IBAD 은 코팅한 경우 코팅하지 않은 Si-wafer보다 응착력 및 마찰계수가 낮았으며, 은 코팅 두께의 증가에 따라 응착력 및 마찰력은 변화하지 않았다.

(3) 수직하중 증가에 따라 응착력은 변화하지 않았는데 이는 기존의 JKR 모델과도 일치하는 결과를 보여주었다.

(4) 수직하중 증가에 따라 마찰력은 선형적으로 증가하였으며, 마찰계수는 Si-wafer 및 은 코팅층에서 모두에서 점차적으로 감소하다가 일정값으로 수렴하는 경향을 나타내었다. 이는 낮은 수직하중 하에서는 수직하중보다는 응착력이 마찰력에 큰 영향을 미칠 수 있기 때문인 것으로 사료된다.

후 기

본 논문은 과학기술부가 지원하는 21세기 프론티어연구개발사업 중 지능형마이크로시스템 개발 사업의 지원을 받아 수행하였습니다. 본 연구를 위해 KOH etching에 도움을 주신 KIST 마이크로시스템센터의 문성욱 박사님께 감사드립니다.

참고문헌

1. Y.C. Tai, L.S. Fan and R.S. Muller, "IC-Processed Micro-Motors : Design, Technology and Testing", Proc. IEEE Micro Electro Mechanical Systems, pp. 1-6, 1989.

2. B. Bhushan, Tribology and Mechanics of Magnetic Storage Devices, 2nd ed., Springer-Verlag, New York, 1996.

3. B. Bhushan, "Contact Mechanics of Rough Surfaces in Tribology : Multiple Asperity Contact", Tribology Letters, 4, pp. 1-35, 1998.

4. K. Deng, R.J. Collins, M. Mehregany and C.N. Sukenik, "Performance Impact of Monolayer Coatings of Polysilicon Micromotors", Proc. MEMS 95, Amsterdam, Nertherlands, Jan-Feb.

5. B. Bhushan, Handbook of Micro/Nano tribology, 2nd edition, CRC, 1999.

6. J.N. Israelachvili, Intermoleculer and Surface Forces, Academic press, 1985.

7. K. Komvopoulos, "Surface Engineering and Microtribology for Microelectromechanical Systems", Wear, Vol. 200, pp.305-327, 1996.

8. R. Maboudian and R.T. Howe, "Critical review: Adhesion in Surface Micromechanical Structures", J. Vac. Sci. Technol. B 15, pp.1-20, 1997.

9. Y. Ando and J. Ino, "Friction and Pull-off Force on Silicon Surface Modified by FIB", Sensors and Actuators A, 57, pp. 83-89, 1996.

10. Y. Ando and J. Ino, "The Effect of Asperity Array Geometry on Friction and Pull-off Force", Journal of Tribology, Vol, 119, pp. 781-787, 1997.

11. K. Kato, H. Koide and N. Umehara, "Micro-Wear Properties of Carbon Nitride Coatings", Wear, Vol, 238, pp.40-44, 2000

12. K.P. Girnard, J.A. Quinn and T.K. Vanderlick, "The Mechanical Stability of Langmuir-Blodgett Multilayers", Thin Solid Films, Vol, 371, pp.242-248, 2000.

13. R. Maboudian, W. Ashurst and C. Carraro, "Self-assembled Monolayers as Anti-stiction Coatings for MEMS : Characteristics and Recent Dvelopments", Sensors and Actuators A : Physical, 82, 219-223, 2000.

14. 윤의성, 박지현, 양승호, 공호성, "SPM을 이용한 접촉조건 변화에 따른 미소응착 특성 연구", 한국윤활학회지 (심사중)

15. 윤의성, 박지현, 양승호, 한홍구, 공호성, "OTS SAM의 미소응착 특성에 관한 실험적 연구", 한국윤활학회지 (심사중)

16. J.A. Ruan and B. Bhushan, "Atomic-scale Friction Measurements using Friction Force Microscopy: part I-General Principles and New Measurement Techniques", Journal of Tribology, Vol.116, pp.378-388, 1994.

17. B. Bhushan, "Nanoscale Tribophysics and Tribomechanics", Wear, Vol, 225-229, pp. 465-492, 1999.