

표면 거칠기가 나노 응착력에 미치는 영향에 관한 실험적 연구

양 승 호[†]

한국과학기술연구원 트라이볼로지 연구센터

An Experimental Study on the Effect of Surface Roughness on Nanoscale Adhesion

Seung Ho Yang[†]

Tribology Research Center, Korea Institute of Science and Technology

Abstract – Effect of Surface roughness on nanoscale adhesion was studied experimentally by using colloidal probe technique. Glass micro balls having the radius of 3.3~17.4 μm were glued at the end of AFM cantilevers to prepare colloidal probes. Adhesion force between the colloidal probe and Si-wafer was measured using pull-off force measuring method. Results showed that the measured adhesion forces are not the function of the radius of the glued balls because the ball surfaces are rough. It is also found that roughness parameters such as R_a , R_q and R_{max} do not have important role on nanoscale adhesion. In order to find the effect of surface roughness on nanoscale adhesion, the bearing areas were extracted from the measured topography of glued balls. After normalizing the measured adhesion force with the bearing area, it was found that the normalized adhesion force kept constant as function of the radius of glued ball.

Key words – nanoscale adhesion, roughness, bearing area, AFM, colloidal probe.

1. 서 론

미소 돌기에서 일어나는 응착력을 이해하는 것이 중요한 이유는 이것이 바로 MEMS의 잘 알려진 문제 중 하나인 점착(stiction)을 야기시켜 실제 구동에 문제를 야기 시킨다는 데 있다. 이 응착현상은 MEMS요소가 가지는 큰 면적 대 부피비로 인하여, 일반적인 기계 요소에서는 중요시되지 않던 면적과 관련된 표면력들 즉 Van der Waals력[1], 정전기력[2] 및 Capillary력[3]으로 인하여 나타나는 것으로 알려져 있다.

이러한 응착력은 실제로 여러 가지 방법으로 측정이 시도되고 있다. 제약학(pharmaceutical science) 분야에서는 입자간의 응착력을 측정하기 위하여 원심력을 사용하여 실험 전과 실험 후 응착된 입자들의 량을 조사함으로써 제약입자들 간의 응착력을 측정하고 있다[4].

또한 Israelachvili등[5-7]은 표면력측정기(surface force apparatus)를 사용하여 두 mica 표면간의 응착력을 측정 한 바 있다. 하지만 원심력 실험의 경우 각각의 입자간의 실제 응착력을 측정할 수 없다는 단점이 있으며, 표면력 측정기의 경우 그 접촉반경이 수백 마이크로미터 단위로 비교적 넓은 면적에 대한 평균적인 힘의 측정에 그치게 되는 단점이 있고 힘의 측정에 빛의 간섭 무늬(fringe pattern)측정법을 이용하기 때문에 수 nano Newton이하의 정도를 가지는 측정은 불가능하다는 단점이 있다.

최근에 주목받고 있는 원자현미경(AFM)의 경우 기본적으로 nano Newton 이하(sub-nano Newton)의 정확도로 힘을 측정할 수가 있기 때문에 많은 연구자들에 의하여 사용되고 있지만 일반적으로 상용화된 AFM 팁(tip)의 경우 좀 더 정확한 표면형상 측정을 위하여 그 끝단 곡률반경이 수십 나노미터 이하인 경우가 대부분인데 이 경우 응착력 실험 시 그 접촉 압력이 대

[†]주저자 · 책임저자 : seung-ho-yang@yahoo.com

단히 높게 된다(> 1 GPa). 이러한 문제를 극복하기 위하여 많은 연구자들이 colloidal probe[8,9]를 사용하고 있다. Colloidal probe란 AFM cantilever 끝단에 마이크로 볼을 붙여서 힘의 측정에 사용하는 방법으로 이론적으로는 이를 사용하면 응착력 실험 시 그 접촉 압력을 1 GPa이하로 낮출 수 있다.

상기한 colloidal probe 방법은 한 가지 큰 문제를 가지고 있는데 이는 AFM cantilever 끝단에 부착된 마이크로 볼의 표면이 거칠기를 가질 경우에 이를 사용하여 응착력을 측정할 후 반드시 실 접촉 면적(real area of contact)을 알아내어야만 그 측정된 값의 의미를 알 수 있다는 것이며 만일 이것이 가능하지 않다면 colloidal probe로 측정된 응착력의 값은 그 해석이 어렵게 된다.

본 연구에서는 나노스케일의 표면 거칠기가 나노 응착력에 미치는 영향을 정량적으로 실험하였다. 이를 위하여 서로 다른 반경을 가진 마이크로 볼을 부착한 colloidal probe를 제작한 후 이를 사용하여 AFM으로 응착력을 측정하였다. 또한 표면 거칠기가 응착력에 미치는 영향을 알아보기 위하여 마이크로 볼을 AFM cantilever에 붙인 후 그 실제 접촉면의 표면형상을 AFM으로 측정하였으며 이로부터 접촉면적에 관한 정보를 추출하여 이를 측정된 응착력 데이터의 분석에 사용하였다.

2. 실험장치 및 방법

본 연구에서는 colloidal probe와 실리콘 웨이퍼간의 응착력을 AFM을 사용하여 측정하였다.

Colloidal probe는 silicon nitride cantilever (Veeco, NPS, given stiffness = 0.58 nN/nm)에 마이크로 glass 볼(3M, 7556)을 에폭시로 붙여서 사용하였다. Fig. 1에는 본 연구에 사용된 colloidal probe의 광학 현미경

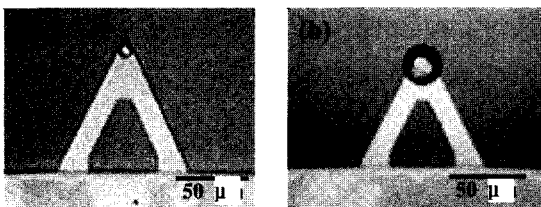


Fig. 1. Examples of the glass ball-glued AFM colloidal probes.

(a) radius of ball: 3.3 μm and (b) radius of ball: 17.4 μm

사진 중 대표적인 것을 나타내었다.

시편인 실리콘 웨이퍼(Si, (100))와 colloidal probe는 순도 99.9%의 에탄올에서 각각 1분간 초음파 세척한 후 각각 1분간 플라즈마 클리너(Harrick Plasma Cleaner, PDC-001)를 사용하여 최종 클리닝한 후 응착력 실험에 사용하였다. Colloidal probe를 제작하기 위하여 사용된 AFM cantilever의 z방향 bending stiffness는 glass 마이크로 볼을 AFM cantilever에 붙이기 전에 Cleveland method[10]를 사용하여 calibration하였다.

응착력에 미치는 정전기력의 영향을 배제시키기 위하여 실리콘 웨이퍼는 통전성 페이스트(Three Bond, CNX-005)를 사용하여 접지시켰고, Capillary력의 영향을 배제시키기 위하여 Fig. 2와 같이 챔버로 AFM을 덮은 후 dry air(RH < 0.5%)를 붙어넣은 후 챔버 안의 상대 습도가 3%에서 안정적으로 유지될 때 측정을 실시하였다.

각각의 colloidal probe별 응착력 측정에는 Veeco사의 AFM(multimode IIIa)을 사용하였으며 응착력은 힘-거리 측정(force-distance measurement)법을 사용하여 20 nN의 수직하중 하에서 20 nm/sec의 속도에서 최대 pull-off force를 측정된 후 이를 응착력으로 사용하였다.

또한 각각의 응착력 실험 후 실리콘 웨이퍼의 표면형상을 silicon nitride AFM 팁(Veeco, NPS)으로 측정하였으며 colloidal probe의 실제 접촉부의 형상을 Fig. 3에 나타낸 바와 같은 방법으로 측정하였다. 이때 하부 cantilever를 붙인 시편 홀더의 기울기는 실제 AFM cantilever를 AFM cantilever holder에 장착한 후에 그 cantilever가 holder의 수평위치에서 아래로

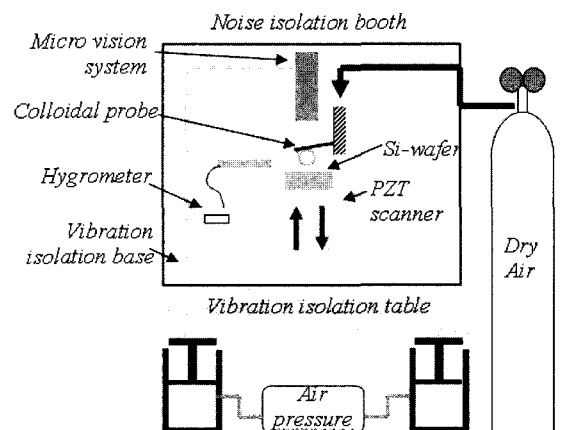


Fig. 2. A schematic figure of AFM system used for adhesion measurement.

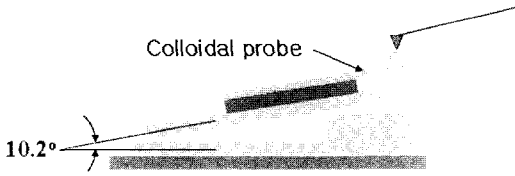


Fig. 3. A schematic illustration on the method of measuring topography of colloidal probe.

기울어진 각을 광학 현미경으로 촬영하여 그 값을 사용하였으며 본 연구에서는 10.2°였다. 표면형상 측정용으로 사용된 AFM cantilever는 그 z방향 bending stiffness가 colloidal probe의 10%이하인 것을 사용하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3-1. AFM cantilever의 z방향 bending stiffness calibration

AFM cantilever들의 z방향 stiffness는 Cleveland의 method[10]를 사용하여 calibration하였다. 먼저 부가질량을 가하기 전에 AFM cantilever의 공진주파수를 측정한 후 그 크기가 다른 glass 마이크로 볼(NIST, standard reference material, 1003b)을 AFM cantilever의 끝에 붙인 후 변화된 공진 주파수를 측정하였다. 각각의 경우 부가된 질량은 각각의 glass 마이크로 볼의 직경을 광학 현미경으로 측정하여 그 부피를 구하고 이를 밀도와 곱하여 계산하였다.

Z방향의 bending stiffness calibration을 완료한 후 여러 가지 크기의 glass 마이크로 볼을 그 cantilever

Table 1. Measured Radii of glass ball, the densities and spring constants in z direction of colloidal probes

Radii of glued glass balls (μm)	Density of balls (g/cm ³)	Bending stiffness in z direction of AFM cantilevers (nN/nm)
3.3	2.445	0.19
7.5	2.445	0.29
8.0	2.445	0.30
8.9	2.445	0.33
9.4	2.445	0.34
10.3	2.445	0.28
11.7	2.445	0.27
13.2	2.445	0.28
17.4	2.445	0.25

들에 붙여 colloidal probe들을 제작하였으며 이를 Table 1에 정리하였다.

3-2. 응착력 실험 결과 및 고찰

두 접촉하는 고체의 표면이 atomically smooth하다면 응착력을 다루기는 상당히 쉬워진다. 따라서 기존의 응착이론은 이러한 atomically smooth 표면간의 접촉에서 시작한다. Bradely[11]는 atomically smooth한 두 고체의 접촉에서 탄성 변형을 고려하지 않고 표면력만을 고려하여 접촉면적을 구하였다. JKR[12]과 DMT[13]에서는 탄성 변형과 표면력을 모두 고려하여 두 atomically smooth 고체 표면간의 접촉 시 나타나는 응착력을 예측하는 모델을 발표하였다. 따라서 colloidal probe를 제작하는데 사용된 glass 마이크로 볼의 표면이 충분히 smooth하다면 JKR 또는 DMT 모델을 사용하여 측정된 응착력 데이터를 설명할 수 있게 될 것이다.

JKR모델과 DMT모델에 의하면 두 고체간의 응착력 (F_{ad})은 외부에서 가한 힘이 없는 경우 각각 식(1) 및 식(2)와 같이 나타낼 수 있다.

$$F_{ad} = \frac{3}{2} \pi \gamma R \tag{1}$$

$$F_{ad} = 2 \pi \gamma R \tag{2}$$

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \tag{3}$$

이때, γ 는 두 접촉하는 고체 표면간의 응착일[12], R 은 두 접촉하는 표면간의 equivalent radius, R_1 과 R_2 는 접촉하는 두 표면의 곡률반경을 나타낸다. 식(1)과 식(2)에서 알 수 있듯이 응착력에 관한 scaling law는 단순히 접촉하는 곡률반경에 비례하여 증가한다고 예측되며 따라서 본 논문에서 측정된 응착력은 각각의 colloidal probe별 곡률반경이 증가할 경우 증가한다는 결과가 예상되나 실제 실험 결과는 이와는 전혀 부합되지 않았다.

실제 응착력 측정 결과를 Fig. 4에 나타내었다. 이로부터 알 수 있듯이 colloidal probe를 제작하는데 사용된 glass 마이크로 볼의 반경은 본 논문의 경우 측정된 응착력과 큰 연관성을 보이지 않았다.

이러한 결과는 접촉하는 표면이 나노스케일에서 거칠기 때문에 나타나는 현상일 것으로 판단하여 실리콘 웨이퍼 표면의 표면형상을 측정한 결과 동일한 결과 (R_a : 0.3~0.4 nm)를 얻었으며 이중 대표적인 표면형상

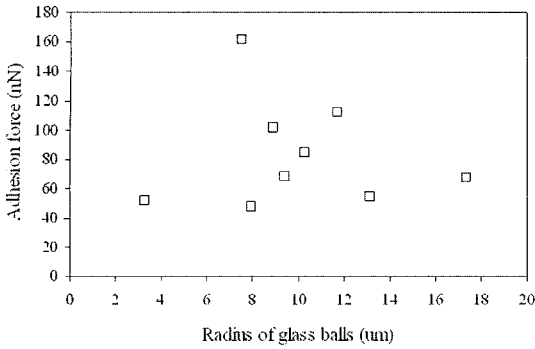


Fig. 4. Measured adhesion forces plotted as function of the radius of glued glass balls on AFM cantilevers.

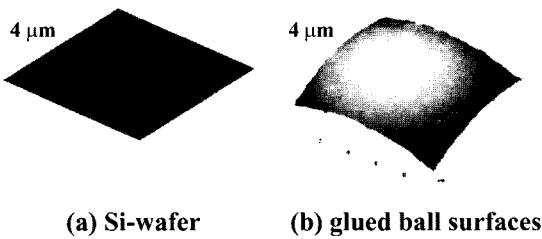
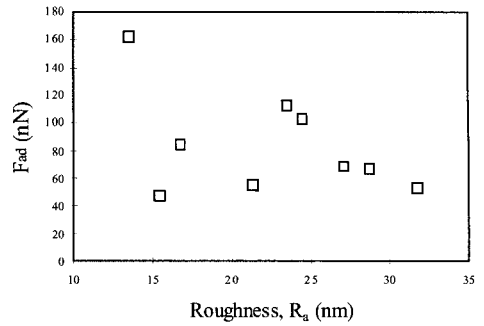


Fig. 5. Examples of AFM three dimensional topographies of Si-wafer and a glued ball.

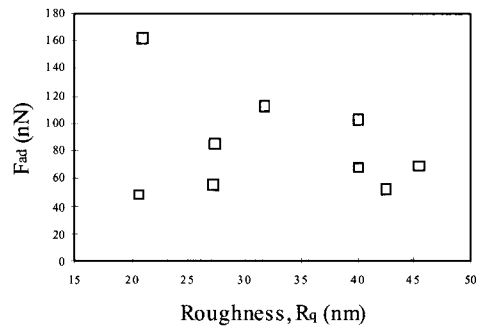
Table 2. Measured roughness values of glued balls

Radii of glued glass balls (μm)	R_a (nm)	R_q (nm)	R_{max} (nm)
3.3	31.7	42.5	690.4
7.5	13.5	20.9	332.9
8.0	15.4	20.6	248.8
8.9	24.5	40.1	643.2
9.4	27.1	45.4	502.7
10.3	16.7	27.4	430.1
11.7	23.5	31.8	324.5
13.2	21.3	27.3	294.4
17.4	28.7	40.0	537.3

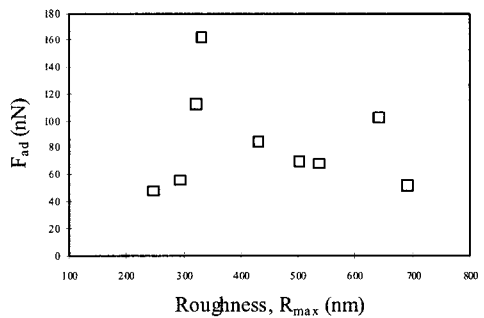
을 Fig. 5(a)에 나타내었다. 또한 응착력 측정이 끝난 colloidal probe의 표면을 Fig. 3과 같은 방법으로 측정해본 결과 각각의 glass 마이크로 볼마다 그 표면 거칠기가 실리콘웨이퍼보다 수십 배 이상 크다는 것을 알 수 있었으며 또 각 마이크로 볼 별로 그 거칠기가 다르다는 것을 알 수 있었다. Colloidal probe의 대표적 표면 형상을 Fig. 5(b)에 나타내었으며 측정결과를 Table 2에 정리하여 나타내었다.



(a) F_{ad} vs. R_a



(b) F_{ad} vs. R_q



(c) F_{ad} vs. R_{max}

Fig. 6. Adhesion forces plotted as the function or (a) R_a , (b) R_q and (c) R_{max} of colloidal probes.

이러한 나노표면 거칠기가 응착력에 미치는 영향을 알아보기 위하여 각각의 colloidal probe별로 측정된 응착력을 각 colloidal probe 접촉부의 R_a (평균거칠기), R_q (제곱근평균 거칠기) 및 R_{max} (peak to valley 거칠기)에 대하여 나타낸 결과를 Fig. 6에 나타내었다. 이로부터 알 수 있는바와 같이 이러한 거칠기 parameter 들도 실제 응착력과 큰 연관성이 없다는 결과를 알 수 있었다.

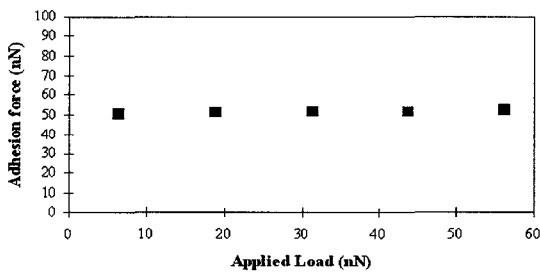
이상의 결과들로부터 다음의 두 가지 사실을 실험적으로 확인할 수 있었다. 첫째, 접촉표면이 거친 경우 고전적인 JKR 및 DMT 모델로는 실제 응착력을 예측할 수 없다는 것이다. 또한 R_a , R_q 및 R_{max} 도 실제 측정된 응착력과 큰 연관성이 없다는 결론을 얻을 수 있었다. 서론에서 제시한 바와 같이 응착력은 van der Waals력과 같이 표면간의 상호작용에 의하여 나타난다. 따라서 응착력 측정 결과를 비교하려면 단위 면적당의 응착력을 비교해야하며 따라서 실제 접촉면적으로 측정된 응착력을 normalization해야 하는 것이다. 즉, 이를 정확히 계산하려면 정확한 실 접촉면적을 알아야 하지만 이는 불가능하기 때문에 본 연구에서는 rough ball-on-smooth plate 접촉으로 가정 후 ball의 3차원 표면형상으로부터 추출한 bearing area[14]를 사용하였다.

Bearing area를 사용하여 측정된 응착력을 normalization할 경우 그 접촉 선단으로부터의 깊이 즉 하중에 따라 그 면적이 달라지므로 어느 깊이의 bearing area를 각 시편별로 선택할 지가 중요하게 된다. 먼저, 가해주는 외부 하중의 중요성을 알아보기 위하여 수직하중을 6.2 nN에서 85.0 nN까지 증가시키면서 응착력을 측정하였으며 그 중 대표적 결과들을 Fig. 7에 도시하였다. 이로 부터 알 수 있듯이 측정된 응착력은, 본

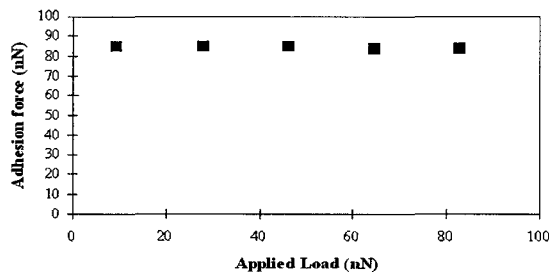
연구의 경우, 가해진 하중에 관계없이 일정한 값을 나타내고 있음을 알 수 있었다.

이로부터 본 연구의 실험조건에서는 하중을 가해진 상태에서 실 접촉면적은 측정된 응착력의 값과 큰 연관성이 없다는 결과가 도출되었다. 따라서 가해진 하중이 완전히 제거된 상태에서 접촉표면에 탄성변형을 일으키는 힘은 바로 응착력이며 측정된 응착력만이 수직하중으로 가해진 경우 탄성변형이론을 사용하여 Fig. 8과 같이 smooth한 구면을 가정하여 colloidal probe 접촉 표면의 탄성변형 부피를 계산할 수 있으며 이를 실제 측정된 각각의 colloidal probe들의 3차원 표면형상에 적용하여 각 colloidal probe별 bearing area를 구할 수 있다. 그 결과를 Fig. 9에 나타내었다. 이로부터 Fig. 9와 실제 측정된 응착력(Fig. 4)은 colloidal probe의 접촉부 반경에 대하여 매우 유사한 분포결과를 나타냄을 알 수 있었다.

따라서 이를 토대로 각각의 측정된 응착력을, 상술한 방법으로 계산한 bearing area로 normalization한 결과 Fig. 10과 같은 결과를 얻을 수 있었으며 이로부터 접촉면적으로 normalize된 응착력은 colloidal probe제작



(a) radius of glued ball: 3.3 μm



(b) radius of glued ball: 10.3 μm

Fig. 7. Typical examples of adhesion forces plotted as function of applied loads.

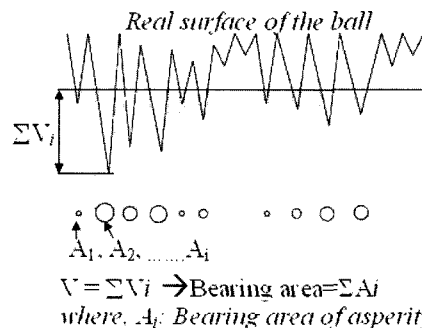
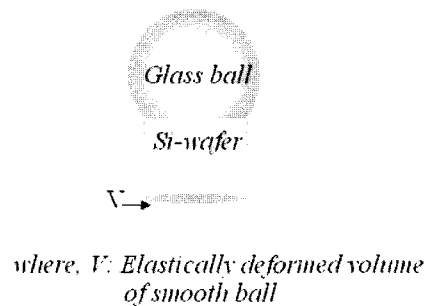


Fig. 8. A schematic illustration on how the elastic deformation of glass ball was utilized for selecting adequate bearing area.

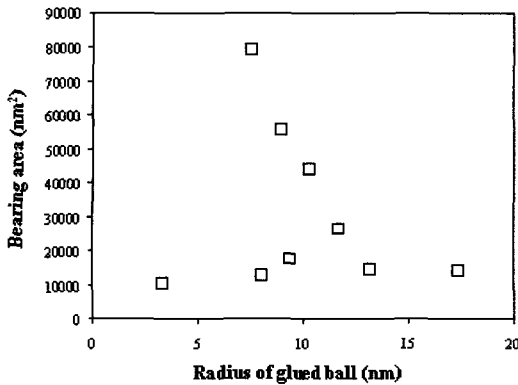


Fig. 9. Bearing areas as function of radii of balls.

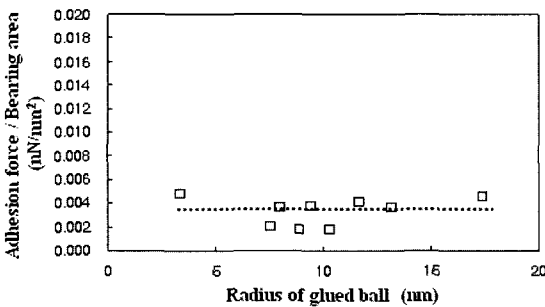


Fig. 10. Normalized adhesion forces as function of radius of balls.

에 사용된 마이크로 볼의 반경에 관계없이 일정한 값을 가짐을 알 수 있었다.

4. 결 론

본 연구에서는 Glass 마이크로 볼을 사용하여 제작한 colloidal probe와 실리콘웨이퍼간의 응착력에 관한 연구를 통하여 다음과 같은 결론들을 도출할 수 있었다.

1. 응착력 실험결과에서 colloidal probe의 반경은 그 표면이 거친 경우 응착력과 큰 관계가 없음을 알 수 있었다.

2. R_0 , R_q 및 R_{max} 와 같은 거칠기 parameter들은 측정된 응착력 값과 큰 연관성을 발견할 수 없었다.

3. 탄성 변형 조건을 가정하여 계산한 bearing area를 colloidal probe의 팁 반경에 대하여 도시한 결과 응착력 측정값의 경우와 유사한 결과를 얻을 수 있었으며 이를 사용하여 측정된 응착력 값을 normalization한 결과 colloidal probe의 반경에 관계없이 일정한 값을 가짐을 알 수 있었다.

감사의 글

이 논문은 한국과학재단의 해외 Post-doc. 연수지원에 의하여 연구되었음.

참고 문헌

1. Israelachvili, J.N. and Tabor, D., "The measurement of van der Waals dispersion forces in the range 1.5 to 130 nm," *Proceedings of the Royal Society of London, Series A*, Vol. 331, Issue 1584, pp. 19-38, 1972.
2. Derjaguin, B.V., Aleinikova, I.N. and Toporov, Yu. P., "On the role of electrostatic forces in the adhesion of polymer particles to solid surfaces," *Progress in Surface Science*, Vol. 45, Issues 1-4, pp. 119-123, 1994.
3. Fisher, L.R. and Israelachvili, J.N., "Direct measurement of the effect of meniscus forces on adhesion: A study of the applicability of macroscopic thermodynamics to microscopic liquid interfaces," *Colloids and Surfaces*, Vol. 3, Issue 4, pp. 303-319, 1981.
4. Podczek F., Newton, J.M. and James, M.B., "Adhesion and friction between powders and polymer or aluminium surfaces determined by a centrifuge technique," *Powder Technology*, Vol. 83, pp. 201-209, 1995.
5. Drummond, C. and Israelachvili, J., "Surface forces and wettability," *Journal of Petroleum Science and Engineering*, Vol. 33, Issues 1-3, pp. 123-133, 2002.
6. Mugele, F., Becker, T., Klingner, A. and Salmeron, M., "Two-dimensional observation of drainage and layering transitions in confined liquids," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, Vol. 206, Issues 1-3, pp. 105-113, 2002.
7. Atkins, D., Kékicheff, P. and Spalla, O., "Adhesion between Colloidal Silica as Seen with Direct Force Measurement," *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 188, Issue 1, pp. 234-237, 1997.
8. Bhushan, B., "Nanoscale tribophysics and tribomechanics," *Wear*, Vol. 225-229, Part 1, pp. 465-492, 1999.
9. Giesbers, M., Kleijn, J.M. Fler, G. J. and Cohen Stuart, M. A., "Forces between polymer-covered surfaces: a colloidal probe study," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, Vol. 142, Issues 2-3, pp. 343-353, 1998.
10. Cleveland, J. and Manne, S., "A nondestructive method for determining the spring constant of cantilevers for scanning force microscopy," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 64, No. 2, pp. 403-405, 1993.
11. Bradley, R.S., "The cohesive force between solid fur-

- faces and the surface energy of solids," *Phil. Mag.*, Vol. 13, pp. 853-862, 1932.
12. Johnson, K.L., Kendall, K. and Roberts, A.D., "Surface energy and the contact of elastic solids," *Proc. R. Soc., London, Ser. A*, Vol. 324, pp. 301-313, 1971.
13. Derjaguin, B.V., Muller, V.M. and Toporov, Y.P., "Effect of contact deformations on the adhesion of particles," *J. Coll. Interface Sci.*, Vol. 67, pp. 314-326, 1975.
14. Abbot, E.J and Firestone, F.A., "Specifying surface quality," *Mech. Eng.*, Vol. 55, pp. 569-572, 1993.