

利用原子力顯微術定量量測薄膜之摩擦力

*陳右儒¹ 谷祖賢¹ 林欣瑜¹ 方友清² 林鶴南¹

¹國立清華大學材料科學與工程學系

²中山科學研究院材料暨光電研究所

We report the quantitative friction force measurement on various thin films based on the atomic force microscopy. The friction coefficients between different tips including silicon and tungsten carbide coated silicon tips and various films including titanium nitride, diamond-like carbon, and silicon have been obtained. It is clearly observed that the friction coefficients between harder materials are smaller than those between softer materials. In addition, the results also reveal little influence of film morphology of on friction coefficient for the tested titanium nitride films.

Keyword : friction force measurement, atomic force microscopy, friction coefficient, titanium nitride, diamond-like carbon

1. 前言

在元件縮小化下，能製造出耐久且低摩耗的表面日趨重要，為了分析膜的均勻及摩潤特性，進而在製程上控制元件材料的摩潤性質，具有奈米解析度的定量摩擦力測量技術便極為所需。近年來，已有數種量測儀器使用於研究原子級、分子級的摩潤學，包括原子表面力測定機[1-4](surface force apparatus)、石英壓電晶體微天平[5-7](quartz-crystal microbalance)和原子力顯微術[8-9](atomic force microscopy)。

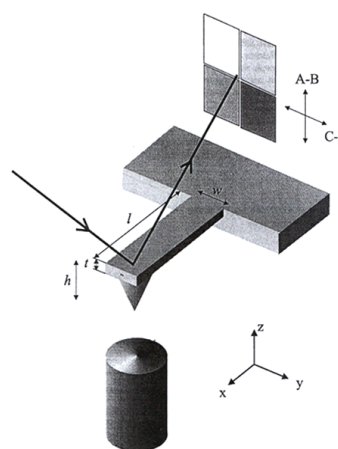
然而，以原子力顯微術為基礎，定量量測摩擦力的方法包括四象限二極體法[10-11]、friction loop 法[12-14]、側向調變法[15-16]等等。本實驗即以 friction loop 法定量量測不同材料或鍍膜的探針(矽、碳化鎢)與硬膜(矽、氮化鈦、類鑽碳)間的摩擦係數，於日後可用來幫助國內工業製程上元件材料、機械材料的選擇與薄膜性質研究等。

2. 實驗原理

2.1 摩擦力顯微術(FFM)

摩擦力顯微術(friction force microscopy, FFM)[9]於 1987 年被發明，在接觸式 AFM 測量時使用四象限光電二極體接收訊號，垂直及水平差分訊號可同時得到，因此懸臂樑橫桿的上下及左右偏移量可同時測

出，如圖一所示，而記錄探針在側向的偏移量偵測器電壓值，便可得到摩擦力影像。

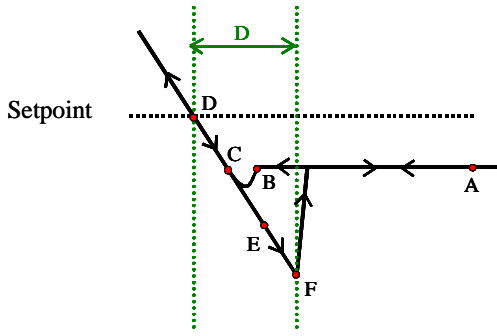


圖一：摩擦力測量示意圖[17]

2.2 正向力與摩擦力的測量

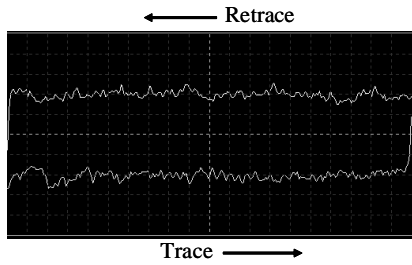
探針與樣品間的正向力，我們利用力對距離曲線(force-distance curve)來測量，方法是讓探針與樣品在垂直方向做一次來回，然後紀錄探針偏移量對 z 軸位移關係。如圖二所示，由 A 至 D 對應於探針下針，而 D 至 F 對應於抬針。假設 setpoint 值在圖二中的 D 點，且 D 點與 F 點距離為 D ，則正向力 F 便等於探針正向彈性係數 k_n 乘上距離 D [18]，也就是

$$F = k_n D \quad (1)$$



圖二：Force-distance curve

而探針與樣品間的摩擦力，我們利用 Friction loop 法[12-14]量測，如圖三所示，利用矩形探針，然後求出探針尺寸、偵測器靈敏度、探針側向彈性係數、二極體側向電壓訊號，這樣便可定量取得摩擦力。進一步，我們將摩擦力除以正向力，即可得到摩擦係數。



圖三：friction loop

Friction loop 法之計算公式：

$$k_n = \frac{Ewt^3}{4\ell^3}, k_t = \frac{Gwt^3}{3h^2\ell}, G = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (2)$$

$$V = \frac{1}{2}[F_{ave}(trace) - F_{ave}(retrace)] \quad (3)$$

$$f = k_t S_x V = k_t \frac{3h}{2l} S_z V = \frac{\ell}{h} S_z V \frac{k_n}{1+\nu} \quad (4)$$

f 為摩擦力， k_n 、 k_t 為探針側向、正向彈性係數， ℓ 為懸臂樑長度， h 為針尖高度， S 為偵測器靈敏度， V 為偵測器差分電壓， ν 為蒲松比。摩擦係數 $\mu = f/F$ 。

3. 實驗架構

我們使用美國 Digital Instruments 公司之 DI 3100

原子力顯微鏡進行研究，並利用 friction loop 方法量測摩擦力。由於 IC 製程中，鍍膜的厚度很難精準地控制，而探針懸臂樑厚度的精準度會影響彈性係數值。因此，我們必須對彈性係數做修正以減小誤差值。由於彈性係數與共振頻率的平方成正比關係[19]，因此我們先量測探針的共振頻率，再和原廠探針所附的標準值 f, k 去比較，得到更精確的彈性係數。本實驗使用俄國 MicroMasch 所製造兩種探針，探針及實驗參數如表一所示。

	CSC-12	NSC-11
Shape	Rectangular	V-shaped
Tip material	Si	W ₂ C/Si
Cantilever length	110μm	200μm
Tip height	17μm	20μm
Resonant frequency	105kHz	65kHz
Force constant	0.95N/m	3N/m
Scanning size	1 μm × 1 μm	1 μm × 1 μm
Scan velocity	0.6 μm/s	0.6 μm/s

表一：探針及實驗參數

4. 結果與討論

我們分別以矽探針、W₂C 探針對於矽、氮化鈦(TiN) 薄膜、類鑽碳(diamond like carbon, DLC)薄膜做正向力、摩擦力量測。表二為量測之實驗結果，其中 diamond 探針對 DLC、Si，及 tungsten 探針對 graphite 的摩擦係數參考於文獻[20,21]。以下將對個別對實驗結果做討論。

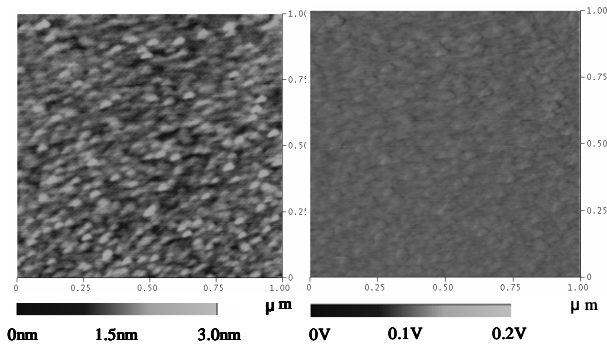
探針 試片	Si	W ₂ C	Diamond[20]	Tungsten[21]
TiN(1)	0.1~0.13			
TiN(2)	0.1~0.13	0.06~0.09		
DLC	0.06~0.08	0.016	0.04~0.06	
Si	0.12~0.14		0.04	
C				0.012

表二：摩擦係數量測結果

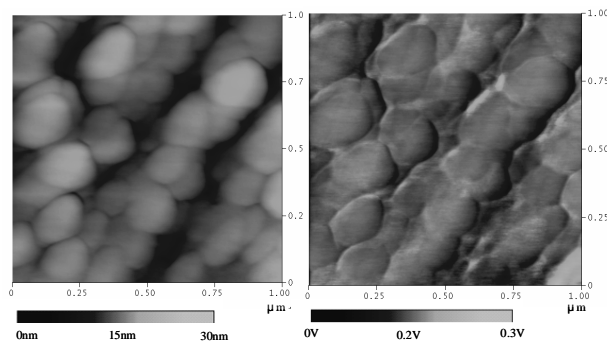
4.1 表面形貌對摩擦係數影響

我們量測了兩片表面形貌不同的 TiN 薄膜，標示為 TiN(1)及 TiN(2)。圖四、圖五分別為 TiN(1)、TiN(2) 的表面形貌和摩擦力訊號。圖六為利用 Si 探針量測

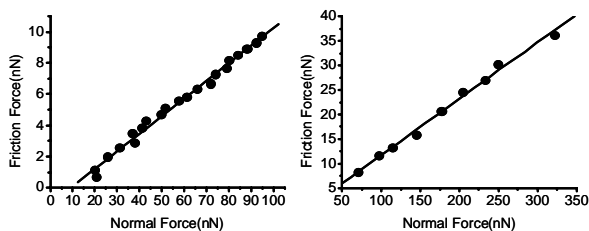
TiN(1)、TiN(2)的正向力對摩擦力作圖。於不同次實驗的結果 TiN(1)、TiN(2)的摩擦係數皆介於 0.1~0.13 左右。由實驗結果得知，對 TiN 薄膜而言，表面形貌對摩擦係數的影響並不顯著。



圖四：TiN(1)的表面形貌(左圖)及摩擦力影像(右圖)



圖五：TiN(2)的表面形貌(左圖)及摩擦力影像(右圖)

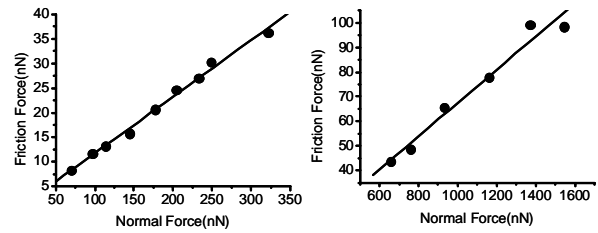


圖六：矽探針對TiN(1)-左圖、TiN(2)-右圖量測結果

4.2 硬度對摩擦係數的影響

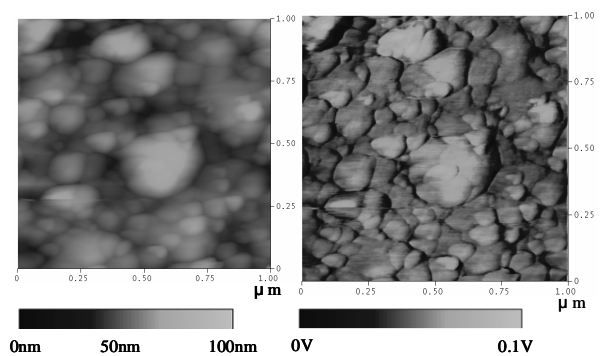
我們分別利用矽探針 W₂C探針對TiN(2)做摩擦係數的量測，實驗數據如圖七所示。實驗結果指出，矽探針對TiN(2)量測到的摩擦係數介於0.1~0.13之間，而W₂C探針對TiN(2)量測到的摩擦係數為0.06~0.09，顯示出，硬度較大的材料量測到的摩擦係數較小。這是由於微觀的摩擦力與接觸面積有關，而材料硬度大

時，受力時變形量較小，因此接觸面積小，呈受的阻力(摩擦力)較小，亦即摩擦係數小。

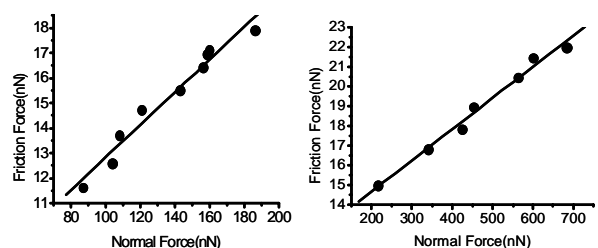


圖七：矽探針-左圖、W₂C探針-右圖對TiN(2)量測結果

圖八為DLC的表面形貌及摩擦力影像，我們利用矽、W₂C探針去量測摩擦係數，圖九為實驗結果數據圖。實驗結果顯示，利用矽探針量測DLC得到的摩擦係數大約介於0.06~0.08，而利用W₂C探針量測DLC得到的摩擦係數約為0.016，即以硬度較大的W₂C探針測量出的摩擦係數較小。我們交叉比較實驗結果得知，利用相同探針量測時，硬度較大的DLC薄膜量測到的摩擦係數皆較TiN小。其原因同前，即因為DLC硬度比TiN還要大，因此當探針與試片接觸時變形量較小，所以當拖曳發生時增加的阻力較小，而摩擦力較小，摩擦係數較小



圖八：DLC的表面形貌(左圖)及摩擦力影像(右圖)



圖九：矽探針-左圖、W₂C探針-右圖對DLC量測結果

5. 結論

我們成功地建立了以原子力顯微術為基礎，而能定量測量薄膜摩擦力及摩擦係數的方法。對於相同的材料，即使其表面形貌有些微的不同，利用我們的量測方法，能有效減少因表面形貌造成的實驗誤差，得到客觀而具有代表性意義的摩擦係數。

6. 致謝

感謝中山科學研究院的經費補助 (案號 BV93A03P)。

7. 參考文獻

1. D. Tabor and R. H. S. Wrinterton, Proc. R. Soc. London Ser. A 312, 435 (1969).
2. J. N. Israelachvili, P. M. McGuiggan, and A. M. Homola, Proc. R. Soc. London Ser. A 331, 19 (1972).
3. J. N. Israelachvili, P. M. McGuiggan, and A. M. Homola, Science 240, 189 (1988).
4. J. N. Israelachvili, P. M. McGuiggan, and M. L. Gee, Wear 136, 65 (1990).
5. J. Krim, E. T. Watts, and J. Digel, J. Vac. Sci. Technol. A 8,3417 (1990)
6. E. T. Watts, J. Krim, and A. Widom, Phys. Rev. B 41, 3466 (1990)
7. J. Krim, D. H. Solina, and R. Chiarello, Phys. Rev. Lett. 66, 181 (1991)
8. G. Binnig, C. F. Quate and C. Gerber, Phys. Rev. Lett. 56, 930 (1986)
9. C. M. Mate, G. M. McClelland, R. Erlandsson, and S. Chiang, Phys. Rev. Lett. 59, 1942 (1987)
10. O. Marti, J. Colchero and J. Mlynek, Nanotechnology 1, 141 (1990).
11. S. Grafstrom, M. Neitzert, T. Hagen, J. Ackermann, R. Neumann, O. Probst, and M. Wortge, Nanotechnology 4, 143 (1993).
12. E. Liu, B. Blanpain, and J. P. Celis, Wear 192, 141 (1996).
13. E. Liu, B. Blanpain, J. P. Celis, and J. R. Roos, J. Appl. Phys. 84, 4859 (1998).
14. Z. Q. Wei, C. Wang, and C. L. Bai, Langmuir 17, 3945 (2001).
15. G. Meyer and N. M. Amer, Appl. Phys. Lett. 57, 2089 (1990).
16. I.-H. Sung, H. S. Lee, and D. E. Kim, Wear 254, 1019 (2003).
17. E. Meyer et al., Nanoscience: Friction and Rheology on the Nanometer Scale, World Scientific, Singapore, 1998, p. 350.
18. 林鶴南, 李龍正, 劉克迅, 科儀新知, 17(3), 29 (1995).
19. D. Sarid, "Scanning Force Microscopy", Oxford University Press, New York, 1991.
20. S. Sundararajan and B. Bhushan, J. Mater. Res., 16, 437, 2001.
21. C. M. Mate, G. M. McClelland, R. Erlandsson, and S. Chiang, Phys. Rev. Lett. 59, 1942 (1987)