

AFM 마이크로캔틸레버 특성에 따른 비접촉모드의 영향 고찰

The Effects of AFM Microcantilever Characteristics on the Non-Contact Mode Measurements

홍 상 혁† · 이 수 일* · 이 장 무**
S. H. Hong, S. I. Lee and J. M. Lee

Key Words : Atomic Force Microscopy(원자현미경), Microcantilever(마이크로캔틸레버), Nanoscale Imaging(나노 이미징)

ABSTRACT

In non-contact mode atomic force microscopy, the response of a resonating tip is used to measure the nanoscale topography and other properties of a sample surface. However, the tip-surface interactions can affect the tip response and destabilize the non-contact mode control. Especially it is difficult to obtain a good scanned image of high adhesion surfaces such as polymers using conventional hard NCHR tip and non-contact mode control. In this study, experimental investigation is made on the non-contact mode imaging and we report the microcantilever having low stiffness (OMCL) is useful to measure the properties of samples such as elasticity. In addition, we proved that it was adequate to use low stiffness microcantilever to obtain a good scanned image in AFM for the soft and high adhesion sample.

1. 서론

나노 스케일의 형상이나 재료의 특성을 측정하기 위하여 원자 현미경(AFM : Atomic Force Microscopy) [1-6]이 널리 사용되고 있다. AFM을 사용해서 측정을 하는 방식으로는 크게 마이크로캔틸레버의 정적 변형을 이용한 접촉모드(contact mode)와 공진하는 마이크로캔틸레버 팁의 동적 특성을 이용하는 비접촉모드(noncontact mode)로 나누어 생각할 수 있다. 시료의 손상을 줄일 수 있을 뿐 아니라 동특성으로부터 위상 정보 등을 구함으로써 재료의 특성을 좀 더 정확하게 측정할 수 있는 비접촉모드가 많이 활용되고 있다. 이러한 비접촉모드를 이용한 측정에서는 AFM 팁의 주파수 응답을 구함으로써 시료의 특성을 알 수 있다. 팁-시료간의 상호작용(tip-sample interaction)과 시료 자체의 접착력(adhesive force)에 의한 비선형성이 팁의 응답에 영향을 줄 뿐 아니라 비접촉모드 제어를 불안정하게 만드는 요소로 작용한다.[7-9] 또한 AFM 마이크로캔틸레버의 특성에 따라서 같은 시료에서 비접촉모드로 측정을 하더라도 각기 다른 주파수 응답특성을 보인다.

본 연구에서는 강성의 차이가 매우 큰 두 개의 AFM 마이크로캔틸레버를 사용하여 힘-거리 곡선 (Force-distance curve)과 주파수 응답 (Frequency Response)을 실험적으로 구해보았다. 딱딱한 시료인 HOPG (Highly oriented pyrolytic graphite)와 소프트한 폴리머 시료인 PDMS(polydimethylsiloxane) 표면에 대하여 일정한 팁-시료간의 거리를 유지시키고 가진 주파수의 범위가 공진주파수를 지나도록 설정한 다음 팁의 가진 주파수를 일정하게 증가시키면서 AFM 팁의 접촉-진동 응답을 측정해 보았다. 또한 각각의 시료에 대해 힘-거리 곡선도 측정해서 AFM 마이크로캔틸레버의 강성에 따라 어떤 특성을 나타내는지 비교하였다.

2. 실험 장비

비접촉모드를 이용한 나노 형상의 측정시 AFM 팁의 접촉-응답 특성을 구하기 위하여 PSIA사의 AFM 시스템(XE-100™)을 사용하였다. AFM 시스템(XE-100™)은 시료를 움직이는 XY 방향과 피드백 제어를 하는 Z 방향 스캐너가 서로 분리되어 있고, 시스템 내부 lock-in 증폭기(lock-in amplifier)를 이용하여 팁의 주파수 응답을 직접 측정할 수 있게 설계되어 있다. 가진 주파수 구간이 설정된 공진주파수를 지나도록 하면서 주파수를 일정하게 증가시켜 AFM 마이크로캔틸레버의 팁의 접촉-진동 응답을 측정하였다. Nanosensors사의 마이크로캔틸레버 (Fig.1, NCHR: resonance frequency=330kHz, spring

† 서울대학교 대학원 기계항공공학부
E-mail : hughie13@snu.ac.kr
Tel : (02) 880-7152, Fax : (02) 876-9493

* 서울시립대학교 기계정보공학과

** 서울대학교 기계항공공학부



Fig. 1 Atomic Force Microscopy microcantilever in measurement (Nanosensors™ PPP-NCHR)

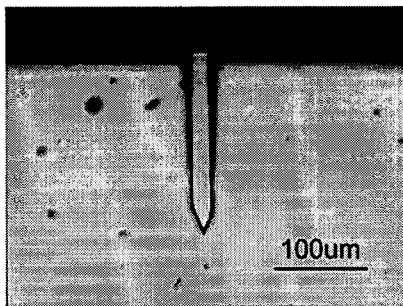


Fig. 2 Atomic Force Microscopy microcantilever in measurement (OLYMPUS™ OMCL-AC240TC)

constant = 42 N/m)는 비교적 큰 강성을 가진 비접촉식 또는 탭핑 모드에 사용되는 캔틸레버이고, Olympus 사의 마이크로캔틸레버 (Fig.2, OMCL: resonance frequency = 70kHz, spring constant = 1.8 N/m)는 작은 강성을 가지고 부드러운 샘플을 측정하기 위한 캔틸레버로 역시 비접촉식 모드에 사용되고 있다. 이러한 두 종류의 마이크로캔틸레버를 AFM 시스템에 장착하여 딱딱한 시료인 HOPG 와 폴리머의 한 종류인 소프트한 PDMS 시료에 대하여 각각 주파수 응답과 힘-거리 곡선을 측정하였다. 각각의 마이크로캔틸레버와 두 시료에 대한 상수와 물성치는 Table1,2 에 나타내었다.

3. 힘-거리 곡선

Nanosensors 사의 마이크로캔틸레버 (NCHR)와 Olympus 사의 마이크로캔틸레버 (OMCL)를 AFM 시스템(XE-100™)에 장착하여 HOPG 와 PDMS 샘플에 대해 측정한 힘-거리 곡선은 Fig.3 과 같다. HOPG 와 PDMS 샘플 모두 AFM 탐이 시료에 가까이 갈 때(approach)와 떨어질 때(retract)의 이력(hysteresis)현상이 나타나는 것을 볼 수 있는데 PDMS 시료(Fig.3 (b), (d))에

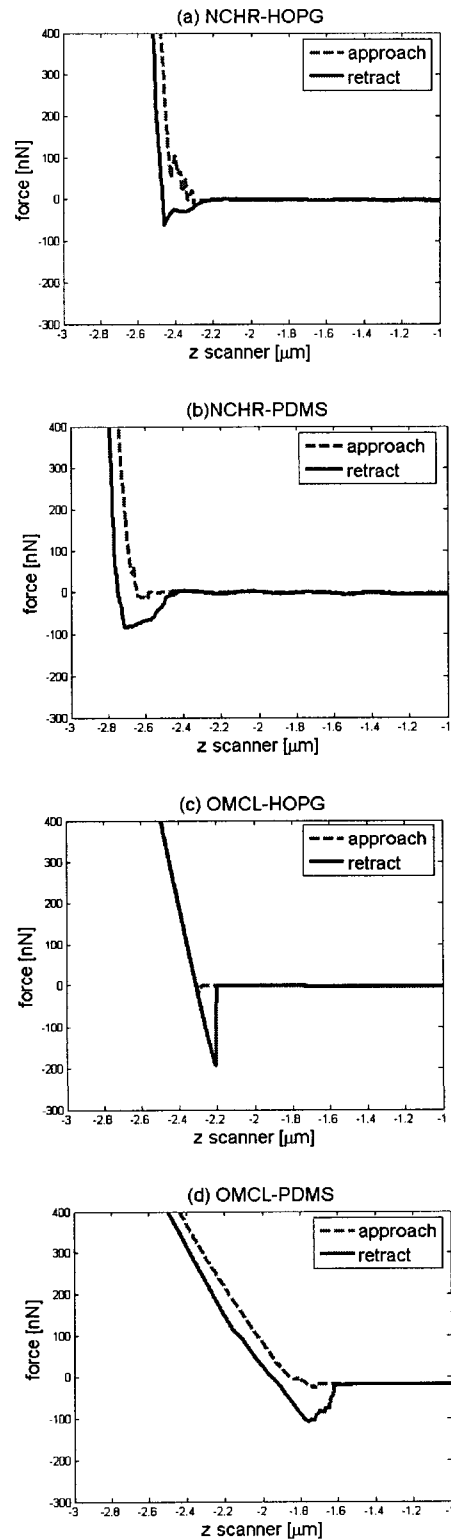


Fig. 3 Force-distance curve : (a) HOPG sample using NCHR AFM microcantilever; (b) PDMS sample using NCHR AFM microcantilever; (c) HOPG sample using OMCL AFM microcantilever; (d) PDMS sample using OMCL AFM microcantilever

Table 1
Constants and properties of the microcantilevers

Description	NCHR	OMCL
Tip radius (nm) R	10	10
Tip height (um) H	15	14
Cantilever thickness (nm) T	4	2.8
Cantilever length (um) L	125	240
Cantilever width (um) W	30	30
Spring constant (N/m) k	42	1.8
resonant frequency (kHz) f_0	330	70

Table 2
Constants and properties of the samples

Description	HOPG	PDMS
Young's modulus (GPa) E_s	200	0.75
Effective elastic modulus E^*	10.2 GPa	1.0MPa
Hamaker constant (J) A	2.96×10^{-19}	2.37×10^{-20}

Where,
$$\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu_{tip}^2}{E_{tip}} + \frac{1-\nu_s^2}{E_s}$$

서 HOPG 시료(Fig.3(a), (c))보다 더 확연한 것을 볼 수 있다. PDMS 시료가 팁에 작용하는 점착력(adhesive force)이 HOPG 시료에 의한 것보다 크기 때문에 나타나는 현상으로 생각할 수 있다. AFM 마이크로캔틸레버의 특성에 의한 영향을 비교하기 위해서 NCHR 에 의해 측정된 힘-거리 곡선(Fig.3(a), (b))과 OCML 에 의해 측정된 곡선(Fig.3(c), (d))를 살펴보면 OMCL 이 시료의 특성에 따라 힘-거리 곡선의 기울기가 NCHR 에 비해 변화가 심하다. 즉 NCHR 로 측정된 시료의 힘-거리 곡선의 경우, 시료의 강성의 영향을 덜 받으며 가파른 기울기를 보이고 있는 반면에 OMCL 로 측정된 경우 HOPG 시료는 매우 가파른 기울기를 보이지만 PDMS 시료의 경우는 완만한 기울기를 형성하고 있다. OMCL 마이크로캔틸레버의 경우 NCHR 보다 1/20 정도의 작은 강성을 가지기 때문에 시료의 강성에 따라 힘-거리 곡선의 기울기가 민감하게 변하게 된다. 힘-거리 곡선을 통해서 샘플의 특성을 알고자 할 때는 마이크로캔틸레버의 강성이 작은 OMCL 을 사용하는 것이 NHCR 에 비해 효과적이라는 것을 알 수 있다. OMCL 의 작은 강성으로 인하여 팁-시료 사이의 접촉이 NCHR 에 비해 빨리 일어나게 되고, 시료에서 떨어질 때는 더 큰 이력(hysteresis)현상을 나타내게 되어 큰 점착력(adhesive force)이 작용하고 있음을 알 수 있다.

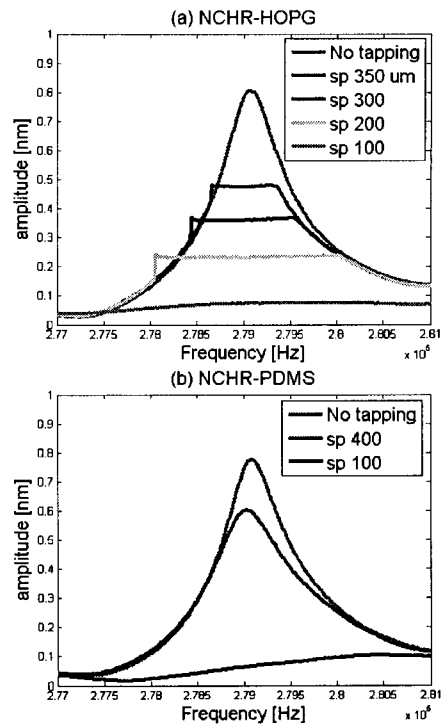


Fig. 4 Frequency Response of tapping tip using NCHR microcantilever : (a) HOPG sample ; (b) PDMS sample

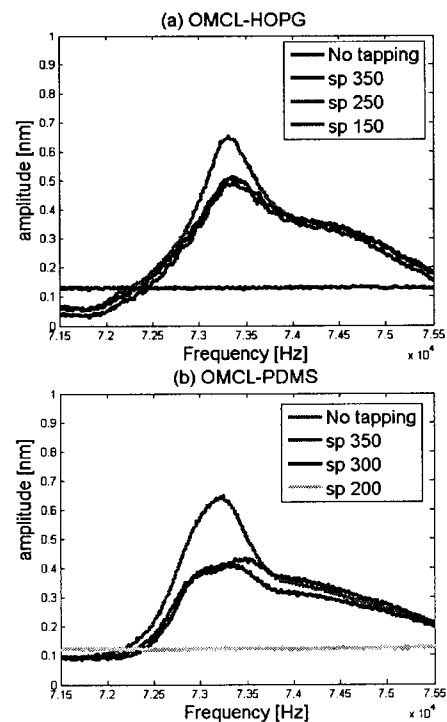


Fig. 5 Frequency Response of tapping tip using OMCL microcantilever : (a) HOPG sample ; (b) PDMS sample

4. 주파수 응답

NCHR 마이크로캔틸레버를 사용해서 HOPG 와 PDMS 시료의 주파수 응답을 구하면 Fig.4 와 같다. HOPG 의 경우 제어설정값(setpoint)에 따라 다른 형태의 그림을 나타낸다. 제어설정값을 작게 설정할수록 시료와 접촉이 일어나는 구간이 넓어지면서 진폭이 일정하게 되는(saturated) 구간이 커지는 것을 확인할 수 있다. 그러다가 제어설정값이 어느 정도보다 작아지면 팁이 시료에 붙은 상태에서 진동하고 있는 것을 볼 수 있다. PDMS 의 경우 제어설정값을 작게 해주면 접촉이 일어나면서 진폭이 작아지는 현상은 HOPG 와 똑같이 일어나지만 시료에 부착되어 진동을 하는 제어설정값이 HOPG 에 비해 상대적으로 큰 값을 갖는다. 즉 제어설정값에 따라 주파수 응답이 민감하게 변하기 때문에 NCHR 마이크로캔틸레버를 사용해서 PDMS 와 같은 소프트한 시료를 측정하는 경우 제어설정값을 정하는 것이 비접촉모드로 시료를 정확하게 측정하기 위한 매우 중요한 요소라고 할 수 있다.

OMCL 마이크로캔틸레버를 사용해서 HOPG 와 PDMS 시료의 주파수 응답을 측정해보면 Fig.5 와 같다. HOPG 시료의 경우 NCHR 마이크로캔틸레버로 측정한 경우와 같은 경향의 주파수 응답을 측정할 수 있다. 제어설정값을 줄이면 접촉이 일어나면서 진폭이 작아지는 현상을 볼 수 있다.

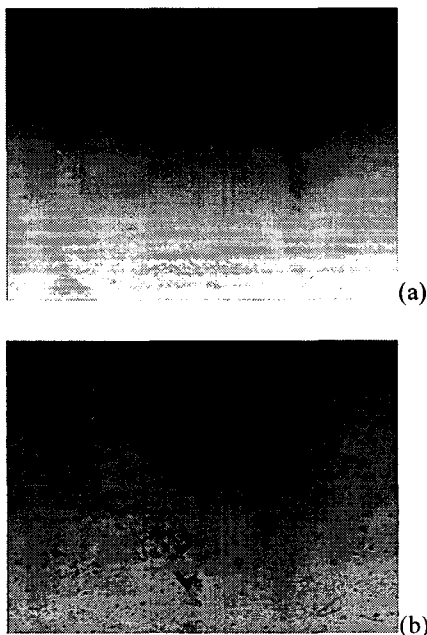


Fig. 6 Image using Optical Microscope: (a) HOPG, (b) PDMS.

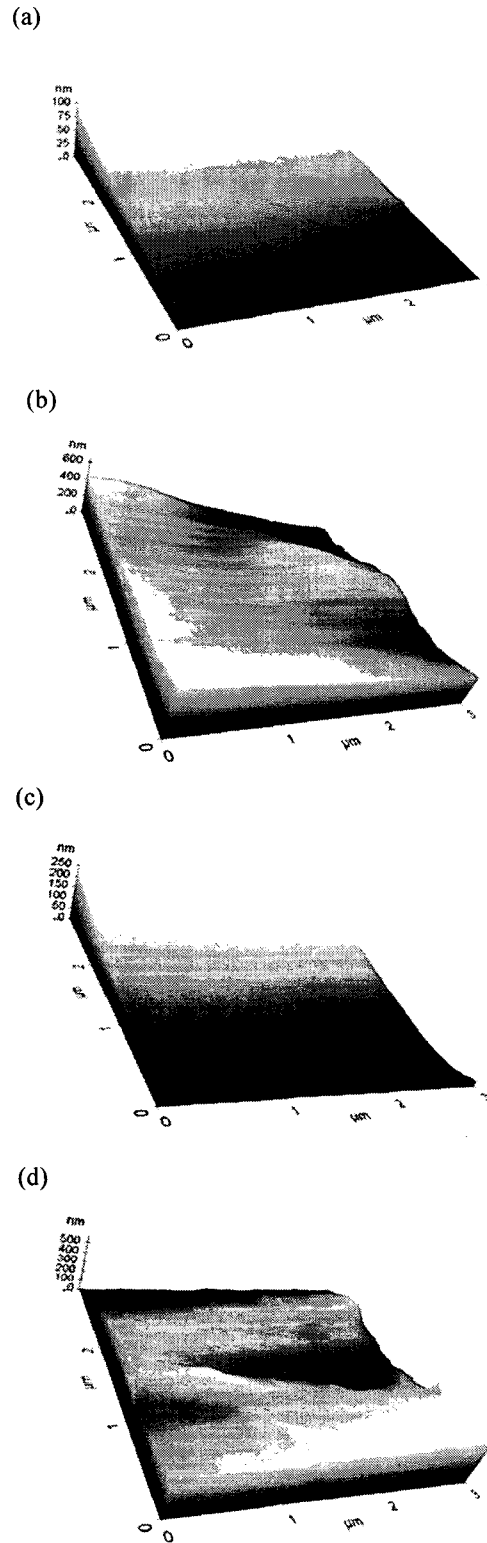


Fig. 7 Scan image : (a) HOPG sample using NCHR AFM microcantilever; (b) PDMS sample using NCHR AFM microcantilever; (c) HOPG sample using OMCL AFM microcantilever; (d) PDMS sample using OMCL AFM microcantilever

반면에 PDMS 의 경우는 NCHR 마이크로캔틸레버의 경우와 다르게 제어설정값에 덜 민감한 것을 확인할 수 있다. 비접촉모드로 측정할 때 제어설정값을 NCHR 마이크로캔틸레버의 경우보다 작게 설정해도 이미지 측정이 가능하다. 즉 소프트한 폴리머 시료는 강성값이 작은 OMCL 마이크로캔틸레버를 사용했을 경우 더 정확하고 안정성 있게 측정할 수 있다.

Fig.6 은 AFM 시스템에 내장된 광학현미경으로 시료를 찍은 사진이다. HOPG 의 경우 매우 평평하고 깨끗한 표면을 볼 수 있고 그에 반해 PDMS 의 경우는 약간 거친 표면을 가지고 있다. AFM 의 비접촉모드를 사용하여 HOPG 와 PDMS 를 측정한 이미지를 보면(Fig.7) HOPG 의 경우는 마이크로캔틸레버의 종류에 관계없이 이미지가 잘 측정이 되고 PDMS 는 강성이 작은 OMCL 팁을 사용했을 때 더 뚜렷한 이미지를 얻을 수 있다. HOPG 는 제어설정값에 영향을 크게 받지 않기 때문에 NCHR, OMCL 둘 중 어느 마이크로캔틸레버를 사용해도 깨끗한 이미지를 얻을 수 있지만, PDMS 는 제어설정값의 변화에 대해 영향이 적은 OMCL 을 사용한 경우 NCHR 보다 좀 더 깨끗한 이미지를 얻을 수 있었다.

5. 결론

본 연구에서는 강성의 차이가 큰 마이크로캔틸레버 두 개를 AFM 에 장착하여 힘-거리 곡선과 주파수 응답 및 실제 이미지 스캔을 실험적으로 구해보았다. 두 개의 마이크로캔틸레버에 대해 딱딱한 시료(HOPG)와 소프트한 폴리머 시료(PDMS)에 대해 힘-거리 곡선을 측정한 결과, 작은 강성을 갖는 마이크로캔틸레버(OMCL)가 시료의 강성에 따라 힘-거리 곡선이 민감하게 변하는 것을

볼 수 있었다. 힘-거리 곡선을 통해 시료의 특성을 측정하는 데는 작은 강성의 마이크로캔틸레버가 큰 강성을 갖는 마이크로캔틸레버(NCHR)에 비해 적합함을 알 수 있었다. 또한 주파수 응답을 통해, 소프트한 시료를 측정할 경우 강성이 작은 마이크로캔틸레버를 사용하는 것이 나노 측정을 하는데 좀 더 정확하고 안정적이라는 것을 확인할 수 있었다.

참고문헌

- (1) G. Binnig, C. Gerber, C. Quate, 1986, "Atomic Force Microscope," *Physical Review Letters*, Vol.56, pp. 930~933.
- (2) X. Chen, M. C. Davies, C. J. Roberts, S. J. B. Tendler, P. M. Williams, N. A. Burnham, 2000, "Optimizing phase imaging via dynamic force curves," *Surf. Sci.*, Vol. 460, pp.292~300.
- (3) R. Garcia, A. San Paulo, 2000, "Dynamics of a vibrating tip near of in intermittent contact with a surface," *Physical Review B*, Vol.61, R13381.
- (4) R. Garcia, A. San Paulo, 2000, "Amplitude curves and operating regimes in dynamic atomic force microscopy," *Ultramicroscopy*, Vol.82, pp. 79~83.
- (5) B. Anczykowski, D. Kruger, K. L. Babcock, H. Fuchs, 1996, "Basic properties of dynamic force spectroscopy with the scanning force microscope in experiment and simulation," *Ultramicroscopy*, Vol.66, pp. 251~259.
- (6) L. Nony, R. Boisgard, J. P. Aime, 2001, "Stability criterions of an oscillating tip-cantilever system in dynamic force microscopy," *Eur. Phys. J. B*, Vol. 24, pp. 221~229.
- (7) S.I. Lee, J.M. Lee, S.H. Hong, 2005, "Dynamics and Control of Tapping Tip in Atomic Force Microscope for Surface Measurement Applications," *CIRP Annals*, Vol. 54, No.1, pp527-530.
- (8) 홍상혁, 이수일, 이장무, 2004, "접촉모델에 따른 AFM 팁의 비선형 동역학 비교", 춘계학술대회 논문집, 한국소음진동공학회, pp.73-76.
- (9) 홍상혁, 이수일, 이장무, 2005, "폴리머 표면측정을 위한 AFM 팁의 접촉-진동 해석", 춘계학술대회 논문집, 대한기계학회, pp.1133-1137.