



# 나노인덴테이션 주사탐침현미경을 이용한 나노 특성평가 분석

윤 존 도

경남대학교 신소재공학부 공동기기센터  
jdyun@kyungnam.ac.kr

## 1. 서 론

최근 미국에서 시작한 나노기술에 대한 연구는 우리나라에서도 많은 과학자와 공학자에 의해 수행되고 있다. 나노기술은 20세기의 과학기술의 주영역이었던 마이크로 단위에서 한 단계 나아가 21세기의 초입인 지금, 나노 단위에서 일어나는 현상, 구조, 분체, 응용 등을 다루는 것이다. 나노 물질은 마이크로 물질에 비하여 단순히 크기만 작은 것이 아니라, 그 특성이 대단히 다른 것으로 밝혀지고 있는데, 나노 단위에서의 특성평가 분석 기술 역시 종전의 마이크로 물질을 대상으로 하는 것과는 크게 달라질 수 밖에 없다. 이는 나노단위에서의 국부적인 미소영역에서의 정밀 측정, 분석 및 관찰을 요구하는 것인데, 이를 가능하게 한 것이 주사탐침현미경(SPM: Scanning Probe Microscopy)이다.

주사탐침현미경은 1920년대의 양자역학의 발전과 1928년의 전계에 의한 전자방출 현상의 발견을 기초로 하여 1982년 스위스 IBM 연구소의 비니히, 로레르, 게르베르의 세사람의 과학자가 주사터널링현미경(STM: Scanning Tunneling Microscopy)을 발명하고 다음 해 규소의 111면 표면을  $7 \times 7$  원자크기로 관찰함으로써 시작되었다. 그 뒤 바로 원자간력현미경(AFM: Atomic Force Microscopy)이 발명되었고 이후 현재까지 20여년간 폭발적인 연구활동과 새로운 장치개발이 이루어져 EFM, MFM, SCM, LFM, PFM, FMM, NSOM, SThM, BEEM, STS 등 수없이 많은 종류의 현미경과 분석기법이 만들어졌는데, 이들 현미경과 기법은 모두 탐침을 이용하는 특징을 갖고 있기에 이들을 포괄적으로 표현하는 용어로 주사탐침현미경을 사용하고 있다.

주사탐침현미경은 서브옹스트롬 단위의 상하방향으로의 공간 분해능과 옹스트롬 단위의 좌우방향으로의 공간 분해능을 갖고 있어서 실공간에서 물질 표면에 대하여 서브원자 단위의 삼차원적 고분해능 영상을 구현하고 있다는 것이 최대의 장점이다. 또한, 뛰어난 나노 스케일 분석능력을 갖고 있는 기존의 엑스선 회절장치나 분석전자현미경 등과 다른 점은 나노스케일의 대단히 작은 국부적 부분에서의 정보를 얻을 수 있다는 점으로 결정크기 단위가 아니라, 원자 단위에서의 물리적 특성, 토포그래피, 전자준위 구조, 전기장과 자기장 등의 정보가 얻어진다. 따라서 엑스선이나 전자파 회절분석에서와 같이 크기가 큰 단결정이 필요 없으며 비정질이나 다결정질에서 원자적 정보를 얻을 수 있다. 고체 뿐만 아니라 액체의 특성평가도 할 수 있으며 공기중, 진공중, 물속, 또는 심지어 전기화학 용액내에서 등 다양한 분위기 속에서 특성 평가를 할 수 있다는 장점과 시편을 파손하지 않고 분석이 가능하다는 등 많은 이점을 갖고 있다.

주사탐침현미경과 나노역학을 결합하면 새로운 영역이 가능하다. 나노프로브와 나노인덴테이션을 이용하여 나노 힘, 경도, 탄성계수 등을 측정하고 원자를 한 층 한 층 벗겨나가는 나노 스케일로 가공하고 최근에는 원자를 제거하거나 이동시킴으로써 테라바이트급의 초고밀도로 정보를 기록하는 기법이 연구 개발되고 있다. 본고에서는 주사탐침현미경의 분류에 들어 있는 각종의 현미경을 이용한 나노특성분석 기술을 주사터널링현미경과 원자간력현미경을 중심으로 하여 소개하고 또한, 나노인덴테이션과 나노역학을 이용한 재료분석기법을 설명하고자 한다.

## 2. 주사탐침현미경을 이용한 나노특성분석

### 2.1. 주사터널링 현미경(STM: Scanning Tunneling Microscopy)

수 나노미터 직경의 프로브 팁에 바이어스 전압을 걸고 시편에 접근시키면 10 옹스트롬 이하의 매우 근접한 거리에서는 부도체인 공기를 사이에 두고도 전기가 흐른다. 이를 터널링 현상이라고 하고 이 전류를 터널링 전류라고 한다(Fig. 1). 터널링 전류는  $\exp(-2Kz)$ 에 비례하므로 팁-시편간 거리  $z$ 의 변화에 대단히 민감하다. 예를 들면 거리가 1옹스트롬 감소하면 전류는 10배이상 증가하므로 이 전류값을 측정하여 피드백시키면 거리를 극히 정밀하게 조절할 수 있다. 주사터널링 현미경을 가능하게 한 것은 옹스트롬 단위의 정밀한 스캐너로 프로브를 고정시키고 시편을 스캐너로 이동시키면서 팁-시편간 거리를 조정한다. 즉, 전류값을 일정하게 유지하면서 주사하면 스캐너가 상하이동하면서 시편표면과 팁간의 거리를 일정하게 유지하므로 스캐너의 움직임을 읽으면 시편 표면의 토포그래프 정보가 얻어지게 된다. 이때 전류 세팅값이나 바이어스를 변화시키면 원자 표면의 전하밀도 분포 정보(등고선)를 얻을 수도 있다.<sup>1)</sup>

토포그래프 정보를 얻는 또 하나의 방법으로 팁과 시편간 거리를 일정하게 하면서 스캐닝하면 높낮이에 따라 터널링 전류값이 달라지게 되고 그 전류변화를 읽으면 시편 표면의 토포그래프 영상을 얻을 수 있다. 터널링 현상을 이용하므로 시편은 전도체이어야 하며 팁 또한 텅스텐, 백금, 금 등의 전도체로 되어 있다. 팁은 와이어를 절단, 절삭 등 기계 가공하거나, 산이나 알칼리 용액 등으로 에칭하고 초고진공내에서 표면산화층을 제

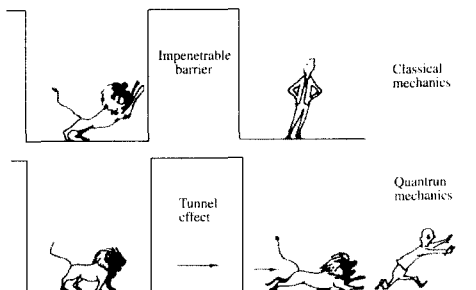


Fig. 1. 터널링 현상.

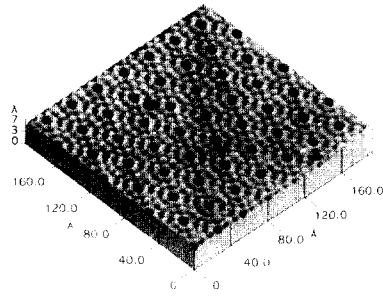


Fig. 2. STM으로 관찰한 규소 표면의 원자구조.

거하는 방법으로 제조한다. 얼마나 날카로운 팁을 준비하는냐에 따라 STM의 분석능력이 달라지므로 수많은 팁 제조법과 그 효과가 연구되고 있다.

STM의 매력 중의 하나는 표면 토포그래프 외에도 극부적인 표면 원자구조에 관한 많은 정보를 얻을 수 있다는 점이고 이를 터널링분광분석(TS: Tunneling Spectroscopy)에 이용한다. STM 팁에 흐르는 전류는 단지 직경 5 옹스트롬 이하의 영역으로만 흐르기 때문에 분석된 정보는 각각의 원자로부터 얻어진다. 이는 중요한 의미를 갖는데 표면에서의 물리화학적 현상들은 표면에서 극히 일부를 차지하는 도핑원자, 불순물, 원자스텝, 결합 등에 의하여 결정되기 때문이다. 이 분석법은 규소(001), 게르마늄(001), 비화갈륨(110) 등 반도체와 금속, 초전도체 및 나노튜브 등 여러 물질의 표면 연구에 응용되었는데 표면의 준위 분포, 표면 원자간의 전하 이동현상, 표면 불순물 흡착원자, 결합의 위치와 결합상태, 에너지 밴드 구조, 초전도체 표면의 보르텍스 격자 등이 밝혀지고 있다.<sup>2)</sup> Fig. 2에 STM으로 얻은 반도체 표면 원자의 구조를 보이고 있다.

### 2.2. 원자간력현미경(AFM: Atomic Force Microscopy)

STM이 팁과 시편 간의 전기 흐름을 이용하는데 반하여 AFM은 팁 원자와 시편 원자 간에 수 나노미터 영역에서 작용하는 반데르발스력을 이용한다. 재료과학 교과서에 나오는 이론과 같이 Fig. 3에서 원자간에는 척력과 인력이 작용하는데 그 합력에 의하여 극소값이 존재하게 되고 팁이 시편에 근접해 갈 때 처음에는 인력이

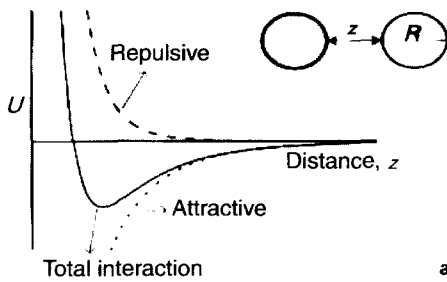


Fig. 3. 원자간 상호작용 에너지.

작용하다가 극소점을 지나게 되면 척력이 작용하게 된다. 이와같이 원자간력은 거리의 함수이므로 원자간력을 측정하고 피드백하여 거리를 일정하게 유지함으로써 원자간력을 일정하게 유지하면 시편 표면의 토포그래프 정보를 얻을 수 있다. 원자간력은  $10^{-8}$ - $10^{-6}$  N정도의 작은 값인데 팁을 지지하고 있는 캔틸레버의 휘는 정도를 재서 측정한다. 팁과 시편간의 거리는 시편을 x, y, z 방향으로 움직이게 하는 압전형 스캐너를 조절하여 일정하게 유지한다. 이 때, 스캐너의 움직임을 기록하면 시편 표면의 삼차원 토포그래프를 얻게 된다.

이와 같은 방법이 이른바 직류 모드 또는 휨(deflection) 모드인데, 이보다 더 정확하고 좋은 신호를 얻는 방법으로는 캔틸레버의 공명 주파수를 이용하는 교류 모드 또는 진동 모드가 있다. 캔틸레버는 그 재료와 모양에 따라 다르지만 0.2-200 N/m의 스프링 상수를 갖고 있고 그 스프링 상수에 따라 30-400 kHz의 범위에 해당하는 고유의 공명 주파수를 갖고 있다. 캔틸레버가 시편으로부터 원자간력을 받을 때 그 힘구배(dF/dz)의 기울기에 따라서 그 스프링 상수가 달라지게 되고 그러면 공명 주파수가 달라지게 된다. 즉, 시편으로부터의 거리에 따라 캔틸레버의 공명 주파수가 달라지게 되는 것이다. 이 때 캔틸레버의 공명 주파수를 측정하고 이를 피드백하여 스캐너를 조정하여 시편으로부터의 거리를 일정하게 조절한다. 역시, 스캐너의 움직임을 기록하면 토포그래프 영상을 얻게 된다. 캔틸레버의 공명 주파수를 측정하는 대신 공명 주파수 근처의 특정 진동 주파수에서의 진폭과 위상의 변화를 측정하기도 한다. 교류 모드는 고분자나 기관에 느슨하게 붙어 있는 나노튜브,

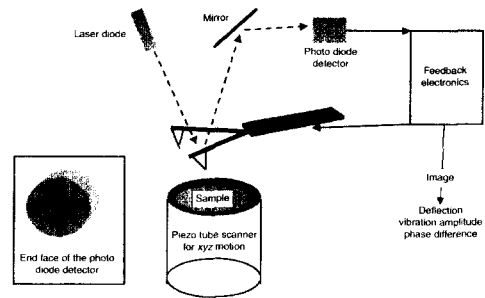


Fig. 4. 캔틸레버와 위치감응 광검출기의 모식도.

DNA 등의 관찰에 이용할 경우 손상을 주지 않는 이점이 있다. STM에서와 마찬가지로 스캐너의 높이를 고정하고 스캔하면서 캔틸레버의 휘는 정도를 측정하여 토포그래프 정보를 얻을 수도 있다. 이 방법은 피드백 과정이 없으므로 속도가 빠르지만 신호의 질은 낮다는 단점을 갖고있다.

캔틸레버의 휘는 정도는 과거에는 터널링법, 커패시턴스법 등을 이용하였으나, 근래에는 광학적 방법으로 측정한다. Fig. 4에서 보는 바와 같이 캔틸레버에 레이저를 쏘고 캔틸레버 상부에서 반사되는 레이저를 위치감응 광검출기(PSPD: Position Sensitive Photo Detector)로 검출하여 캔틸레버의 움직임을 감지한다. 광검출기의 분해능은 10 옹스트롬 정도이지만 검출기가 캔틸레버로부터 어느 정도의 거리로 떨어져 있으므로 그 분해능이 증폭되어 상하방향으로 0.1 옹스트롬까지 얻을 수 있다.

Fig. 3에서와 같이 척력이 작용하는 부분은 팁과 시편이 수 옹스트롬 내에서 물리적으로 접촉하고 있는 영역이고 인력이 작용하는 부분은 10-100 옹스트롬 거리의 비접촉 영역이다. AFM에서는 두 영역 중 어느 쪽을 이용하느냐에 따라 접촉식과 비접촉식으로 나뉘어 지게 된다. 비접촉식은 시편에 손상을 가하지 않고 시편과 팁이 서로 오염되지 않는다는 이점이 있으나, 힘의 크기가  $10^{-12}$  N정도로 매우 작아서 힘의 측정이 어려운 점이 있다. 두 가지 방식을 결합한 것으로 불연속접촉식(IC: Intermittent Contact) 또는 태핑 모드로 캔틸레버를 진동시켜 팁이 불연속적으로 시편을 접촉하도록 하는 것이다.

캔틸레버는 V형 또는 막대형을 하고 있으며, 길이

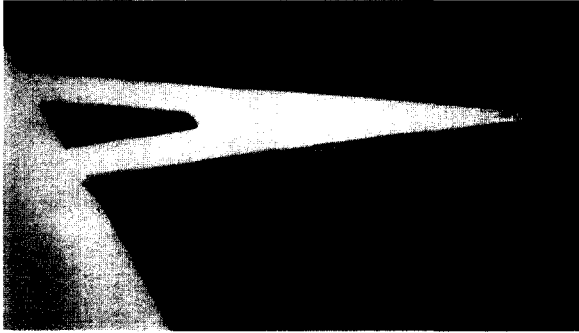


Fig. 5. SPM용 캔틸레버 사진. 끝부분에 팁이 보인다.

100 - 200 마이크로, 폭 10 - 40 마이크로, 두께 0.3 - 2 마이크로, 크기를 갖고 있다(Fig. 5). 캔틸레버의 끝에는 규소 또는 질화규소제 팁이 달려 있다. 팁은 원뿔형, 삼각뿔형, 사각뿔(피라미드)형을 하고 있는데 STM의 경우보다 두꺼운 수십 나노미터의 굽기를 하고 있다. 캔틸레버와 팁은 일체로 제작하는데 반도체공정에서와 같이 포토리소그래프와 에칭 등의 마이크로제조공정을 이용하여 만든다.

SPM에서 스캐너는 중요한 부분인데 대부분 예외없이 튜브형 압전체 묶음으로 되어 있다. 튜브 내부와 외부의 전후좌우에 전극을 설치하여 전압을 가하는 방법에 따라서 압전체가 전방, 후방, 좌측, 우측으로 또는 위아래로 변형하게 되어 있다. 스캐너는 1 - 100 마이크로 내에서 정해진 스캔범위의 것을 선택하여 사용한다. 압전체는 비선형성, 이력성, 지연효과, 열화 등의 문제로 거리측정에 오차요인을 일으키므로 그 성질을 잘 이해하고 사용하여야 한다.<sup>3)</sup> 나노의 힘과 변위를 측정하므로 SPM은 진동에 민감하여 진동이 없는 장소를 택하지 않으면 안 된다. 건물의 진동은 통상 5 - 100 Hz의 주파수를 갖는데 기계, 사람, 차량 등으로부터 에너지를 받아 지속적으로 진동한다. 번지 코드, 방진테이블, 전기필터 등을 사용하여 제거하여야 한다.

AFM은 흑연, 이황화몰리브데늄, 질화붕소, 운모 등의 층상구조물 표면의 원자 규칙배열 영상관찰에 사용되었고 운모상의 금 원자가 공기중과 물 속에서 AFM에 의하여 관찰되었다. AFM으로 아미노산에서 메틸그룹의 위치를 확인하여 엑스선 회절분석결과와 일치하는 것을 발견하였고, 또한 고분자가 건조상태에서는 습윤상태보

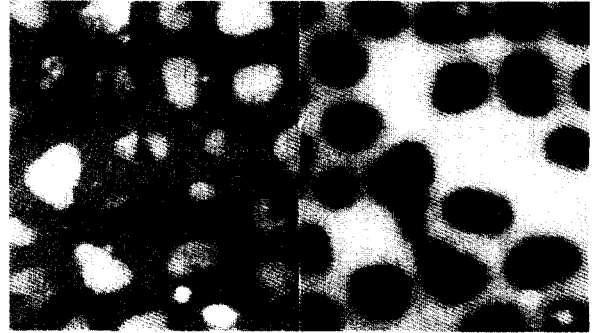


Fig. 6. 도전성 나노와이어의 토포그래프 영상(좌)과 EFM 영상(우).

다 사슬간 충전성이 더 좋다는 것을 알아내었다. 한편, 제올라이트 표면에서의 양이온 교환반응을 실시간으로 관찰하거나, 전해질내에서 금 전극상에 구리막이 어떠한 구조로 성장하는지를 실시간으로 관찰하는 등의 흥미로운 연구가 AFM을 이용하여 진행되고 있다.

### 2.3. 주시력현미경(SFM: Scanning Force Microscopy)

재료 표면에서의 힘은 AFM에 사용되는 원자간 반데르발스력 이외에도 자기력, 정전기력, 표면장력 등이 있다. 이러한 힘들은 가까운 거리의 단범위에서는 반데르발스력보다 매우 작아서 AFM 신호에 이용되지 않으나 장범위에서는 반데르발스력보다 매우 커서 그 힘을 측정하면 대상 재료가 갖고 있는 여러 가지 특성을 평가할 수 있게 된다. 그 힘의 종류에 따라서 정전기력 현미경, 자기력 현미경, 마찰력 현미경, 펄스력 현미경 등으로 나뉘어지는데 이를 다음에 설명한다.

#### (1) 정전기력 현미경(EFM: Electrostatic Force Microscopy)

비접촉식으로 시편 표면의 정전기력을 측정하는 EFM, 주사표면전위현미경(SSPM: Scanning Surface Potential Microscopy), 접촉식으로 압전과 전왜 특성을 분석하는 압전반응 영상분석(PRI: Piezoresponse Imaging), 표면의 커패시턴스 변화를 영상화하는 주사축전현미경(SCM: Scanning Capacitance Microscopy), 주사저항현미경(SSRM: Scanning Spreading Resistance Microscopy) 등이 있다. 비접촉식 EFM은 진동모드에서

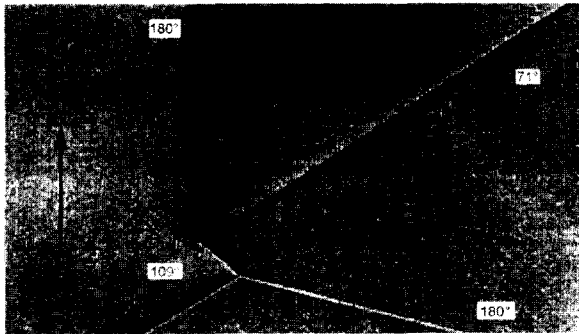


Fig. 7. (110) 마그네타이트 표면에서 MFM으로 관찰한 자구.

정전기력 힘구배에 따른 공명주파수, 진폭, 위상의 변화를 검출하여 영상화하며 유전체, 반도체 또는 도전체 팁을 사용한다. 응용예로는 니오븀이 도핑된 티탄산스트론튬에서의 입계분리(segregation)에 의한 입계전하를 관찰함으로써 쇼트키 디플리션역의 존재 확인 및 분석, 산화아연 배리스터의 입계에서의 표면전위 분석, 도전성 나노와이어의 전계 분석(Fig. 6) 등이 있다.

**(2) 자기력 현미경(MFM: Magnetic Force Microscopy)**

강자성체 팁 또는 비자성체 표면에 강자성 박막을 코팅한 팁을 사용하여 비접촉식, 진동모드에서 사용한다. 자성체 시편 표면의 자장의 방향에 따라 팁에 작용하는 힘이 변하므로 그 힘을 측정하면 자성체내의 자구를 관찰할 수 있다(Fig. 7). 또한, 자구벽이 블록(Bloch)형인가 널(Neel)형인가에 따라 표면에 노출된 자구벽에서의 자장의 방향이 차이가 나므로 모델 계산된 영상과의 비교를 통하여 자구벽의 종류를 구별할 수 있다. 표면 자장인 널캡(Neel cap)의 존재 확인, 블록형 자구벽의 회전방향 결정 등과 고온 초전도체내에서의 미세자장과 보르텍스(vortex) 구조 관찰에 응용된다.

**(3) 측면력 현미경(LFM: Lateral Force Microscopy)**

LFM은 팁으로 시편 표면을 긁으면서 주사하여 시편 표면에 존재하는 마찰력 콘트라스트를 영상으로 관찰한다. 네짜의 콰드셀로 구성된 위치감응 광검출기(PSPD)를 이용하여 캔틸레버의 수직 방향으로의 휨변형과 수평방향으로의 비틀림변형을 검출한다. FMM(Force

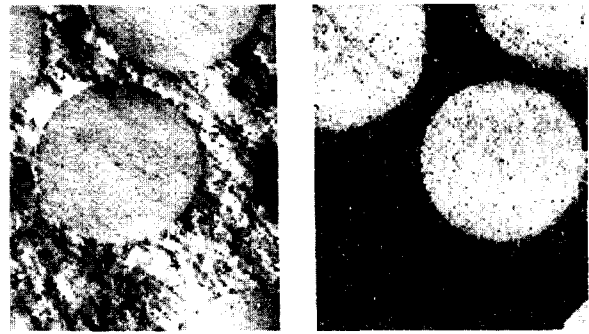


Fig. 8. 섬유강화 고분자의 AFM에 의한 영상(좌)과 FMM에 의한 영상(우).

Modulation Microscopy)은 팁에 진동신호를 부가하고 주사하면 시편의 탄성특성에 따라서 그 진폭이 변화하는 것을 읽음으로써 영상으로 관찰한다. PDM(Phase Detection Microscopy)는 시편 표면에서의 기계물성 변화에 따른 캔틸레버 진동의 위상지연효과를 검출하여 영상화한다. Fig. 8에 FMM에 의한 분석예를 보이고 있다.

**2.4. 기타**

**(1) 근접장 주사광학현미경(NSOM: Near-Field Scanning Optical Microscopy)**

광학현미경은 '원격장'에서 물체를 관찰하는 것으로 빛의 회절과 간섭에 의한 에어리 원반효과 때문에

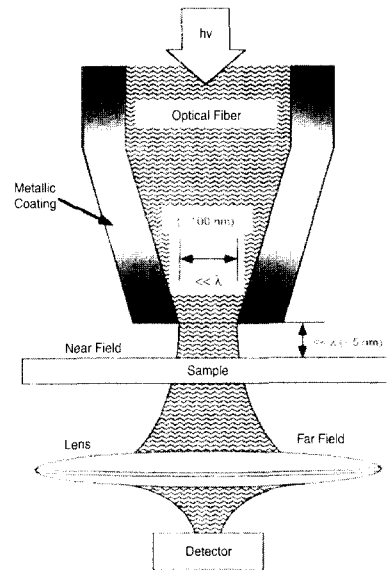


Fig. 9. NSOM의 구조.

$d=0.61\lambda/NA$ 로 표시되는 분해능이 빛의 파장에 의한 구조적 한계를 갖는다는 것은 잘 알려져 있다. 그러나, 1928년에 신계에 의하여 파장보다 작은 조리개를 사용하고 파장보다 더 가까이 근접한 위치(근접장)에 시편을 놓고 관찰하면 그 분해능 한계를 뛰어넘을 수 있다는 것이 제안되었고 1972년 애쉬와 니콜스는 실제로 그러한 종류의 현미경을 제작하여 그 이론이 타당하다는 것을 입증하였다. 그 뒤 1980년대 후반경 코넬대학, 스위스 아이비엠연구소, ATT 벨랩 등에서 현실적으로 의미가 있는 NSOM을 제작하였고 (Fig. 9) 최근 20 nm의 조리개를 사용하여 12 nm의 분해능까지 얻고 있고 도메인 연구와 나노결정 연구에 응용되고 있다.

## (2) 초고밀도 정보기록에로의 이용

SPM은 인력, 척력, 전기, 고집적 전류 등 팁과 시편간의 상호작용을 이용하여 시편 표면의 원자단위 개질과 나노패브리케이션에 사용할 수 있다. 이는 전자 고집적 회로의 기록 간격을 나노미터 스케일로 줄임으로써 전자업계에서 목표하는 100Gb/in<sup>2</sup> 집적도와 1 테라바이트 용량의 초고밀도기록을 이룰 수 있는 가능성과 마스크나 집적회로의 즉석 수정에 사용할 수 있는 가능성 때문에 학계와 업계로부터 주목을 받고 있다. SPM은 기존의 전자빔, 이온빔, 엑스선 등에 의한 방법에 비하면 경쟁력이 떨어지지만, SPM이 전계방사 모드로 작동할 수 있고, 수 볼트 이하의 낮은 인가전압으로도 충분히 높은 전계가 형성되어 팁에서 전자를 방출할 수 있으며, 짧은 팁-시편간 거리로 나노미터 크기의 빔을 만들 수 있고 기존의 고에너지 전자사용시 발생하는 후방산란전자나 이차전자 문제가 없다는 중요한 특징을 갖는다.

SPM을 이용한 고밀도 기록방법에는 일회성 기록법과 다회성 기록법이 있다. 일회성 기록법으로는 탐침으로부터의 전계를 가하여 표면 원자를 제거하는 전계증발법과 팁으로 기계적 압력 또는 열을 가하여 시편 표면에 소성변형을 일으키는 나노가공법이 사용된다. 읽기 쓰기를 할 수 있는 다회성 기록법으로는 MFM 팁에 자장을 제어하면서 자기재료 표면에 자구를 형성하는 미소 자기기록법, 바나듐계유리나 고분자막에 강한 전계를 가하여 결정화 등 상변태를 일으키는 미소상변화기록법,

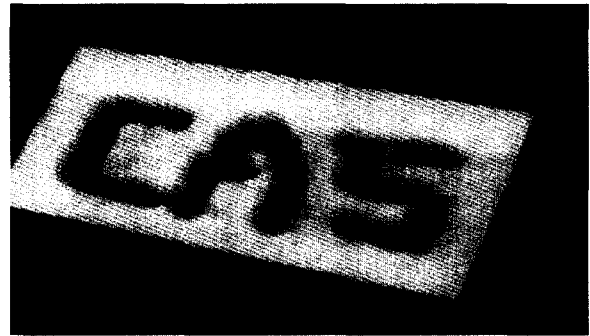


Fig. 10. SPM을 이용한 흑연 표면의 기록 결과.

유기물이나 산화막 상에 전기 필스를 가하여 전하를 축적시키는 미소전하기록법 등이 있다.<sup>4)</sup> 예를 들면, 일본의 히타치사는 NSOM을 이용하여 칼코겐 유리에 상변태를 일으켜 기록하고 광반사로 검출하는 기술을, 도시바는 유기색소분자에 전하를 주입하여 기록하고 NSOM으로 분자의 형광강도변화를 읽어내는 방법을 개발하고 있다.<sup>5)</sup> Fig. 10에 전계를 가하여 흑연 표면에 10 나노미터 두께로 글씨를 쓴 모습을 보이고 있다.

## 3. 나노인덴테이션을 이용한 나노특성분석

박막재료의 특성분석에 대한 인덴테이션 기법은 오래 전부터 사용되어 왔다. 최근 과학기술의 발달과 더불어 박막의 두께가 점점 얇아지고 이에 따라 새로운 기법이 요구되고 있다. 일반적으로 압흔의 깊이는 경질박막의 경우 박막 두께의 십분의 일 이하로 하여야 기판재료로부터 영향을 받지 않는다고 알려져 있다. 1 마이크론 두께의 박막의 경우 100 nm 이하의 깊이로, 100 nm 두께의 박막의 경우는 10 nm 이하의 깊이로 나노인덴테이션을 하여야 한다. 인덴테이션시에 재료는 소성변형과 탄성변형을 함께 일으키는데 깊이가 얇아질수록 재료의 탄성변형이 차지하는 비율이 높아지게 되고 따라서 하중을 제거한 후에 남는 압흔의 크기는 인덴테이션 도중의 압흔 크기와 상당히 차이가 있다. 이것은 인덴테이션 도중에 압입 깊이와 압흔크기 등에 대한 정보를 갖고 있어야 한다는 것을 의미하고 그에 따라 이른바 '변형감지(depth-sensing) 인덴테이션법'과 장치가 개발되었다.

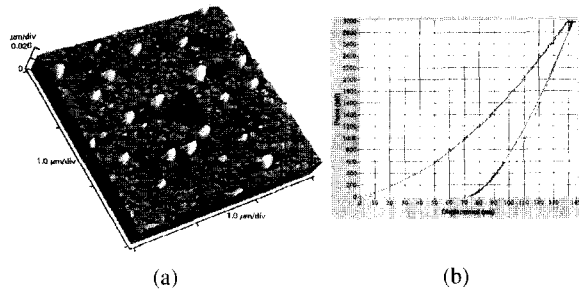


Fig. 11. 산화인듐주석(ITO) 나노박막에 대한 나노인덴테이션 결과.<sup>8)</sup>

한편, 기존의 압입시험기는 대부분 광학현미경을 장착하고 있는데 광학현미경의 분해능 한계로 말미암아 나노인덴테이션을 할 경우 압흔 관찰이 어려워진다. 만일 50 나노미터 깊이로 인덴테이션을 하였을 경우 압흔의 깊이와 너비의 비를 1/7이라 하면 압흔의 너비는 350 nm 크기가 되어 이 크기는 광학현미경의 실질적 분해능 범위 밖에 있으므로 광학현미경 관찰은 불가능하다. 최근, 이 문제 해결을 위하여 나노인덴테이션 장치를 주사탐침현미경에 부착하여 나노인덴테이션 시험과 시험전후의 시편 표면 관찰을 병행할 수 있도록 한 이른바 트리보스코프 또는 나노인덴테이션 주사탐침현미경이 개발되었다.

나노인덴테이션은 마이크로뉴턴 단위의 하중을 가하면서 나노미터 단위로 일어나는 변형량과 하중값을 측정하여 하중변위 곡선을 만들어 내고 이로부터 경도와 탄성계수를 계산해 낸다. 경도값은 압입 깊이와 압자 형상으로부터 접촉면적을 산출하여 얻는다. 탄성계수는 하중-변위 곡선의 기울기로부터 스티프니스를 산출하고 계산한다. 이 때 물론 탄성변형과 소성변형 부분을 분리하여 계산하여야 한다. 인덴테이션 하중과 깊이가 모두 나노스케일로 작으므로 모든 부분이 정밀하게 보정되어야 한다. 장치의 컴플라이언스 보정과 에어인덴트 보정, 드리프트 보정을 하고 인덴터의 형상오차에 따른 접촉면적 보정을 하여야 한다. 인덴터는 전자기력 또는 정전기력을 이용하여 구동하는데 그 탄성계수 부분을 감하여 시편의 탄성계수를 계산하여야 한다.

인덴테이션 도중 연속적으로 많은 개수의 소형 램프를 적용하는 연속 스티프니스 측정법(CSM: Continuous

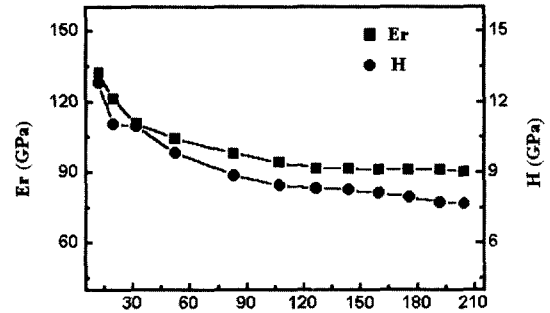


Fig. 12. 160nm 두께의 ITO 박막에 대한 나노인덴테이션 결과.<sup>8)</sup>

Stiffness Measurement)을 이용하면 램프 전체 동안 연속적으로 측정을 할 수 있다.<sup>6,7)</sup> 인덴터는 삼각뿔 모양의 베르코비치 팁, 피라미드 모양의 비커스 팁, 원뿔형 팁, 큐브코너형 팁 등이 있다. 미소경도시험에 비커스 팁이 많이 쓰이는데 반하여 나노인덴테이션에는 베르코비치 팁이 많이 쓰인다. 그 이유는, 비커스 팁은 정밀 가공하지 않으면 끝부분이 한 점에서 만나지 않고 길쭉한 모양을 하고 있기가 쉬운 반면 베르코비치 팁은 가공오차가 있어도 끝은 날카로운 점을 이루기 때문이다.

Fig. 11에 160 nm 두께의 산화인듐주석(ITO) 나노박막에 대한 나노인덴테이션 결과에 대한 SPM영상과 하중변위 곡선을 실었다. 낮은 하중에서도 매우 안정적인 하중변위곡선을 형성하고 있는 것을 알 수 있다. Fig. 12에 인덴테이션 깊이를 변화시켜가며 나노경도 및 탄성계수값을 측정한 결과를 실었다. 20나노미터 이상의 깊이에서 규소기관 효과가 분명하게 보이고 있으며 100 nm이상의 깊이에서는 박막의 물성은 기관효과에 의해 완전히 가려지는 결과가 보이고 있다.<sup>8)</sup>

니켈 표면에 4MeV의 니켈이온을 조사한 뒤 그 표면을 나노인덴테이션 분석한 연구가 진행되었다. 그 결과, 표면 200 나노미터 이하의 깊이에서 곡선의 호트러짐이 발견되었고 이로써 니켈 표면층의 손상영역 깊이를 계산해 낼 수 있었다.<sup>9)</sup> 2-50 nm의 두께를 갖는 Al과 TiN 다층박막에 대한 나노인덴테이션 분석 결과 층두께에 따라서 변형거동이 크게 다르다는 것을 밝혀 내었고 10 nm 박막 두께를 가질 때 최소값을 갖는 특이성을 발견하였다. 나노인덴테이션법은 박막의 부착력 시험에도 응용할 수 있다. 박막 표면에 수직방향으로 인덴테이션

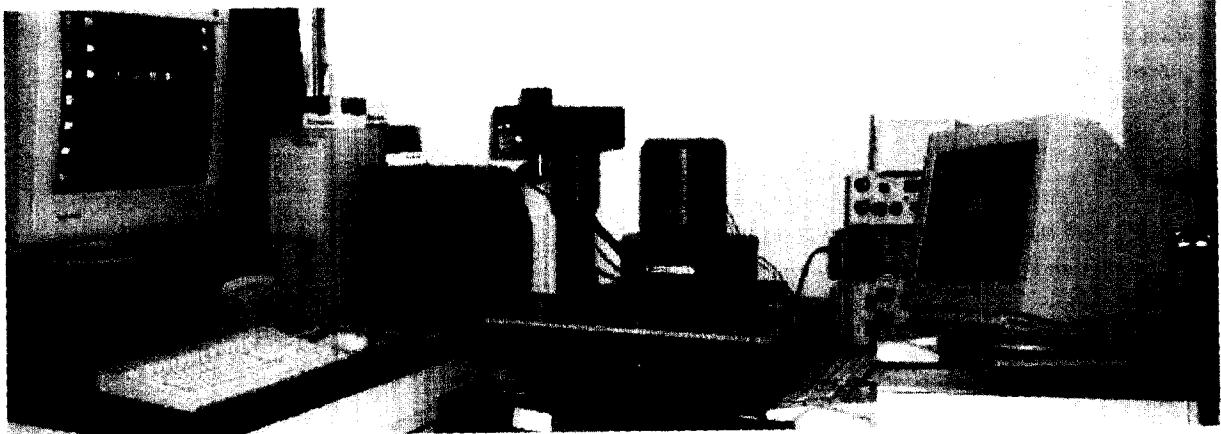


Fig. 13. 나노인덴테이션 주사탐침현미경 사진(경남대학교 공동기기센터).

하는 기존의 방법 이외에도 최근 박막/기판 단면에 인덴테이션하여 그 균열의 제면전과 거동을 관찰함으로써 부착력을 계산해 내는 새로운 방법이 제시되고 있다.<sup>10)</sup>

나노인덴테이션은 최근 주사탐침현미경과 함께 매우 활발하게 진행되는 연구의 대상임에 틀림은 없으나 아직 표면 오염, 산화, 흡착층의 효과, 인덴터 끝부분의 곡률반경 효과, 진동, 음향, 열, 습도 등 환경의 영향 등에 대한 연구와 분석 방법의 규격화가 필요하다. 주사탐침현미경에서 나노인덴테이션 부분은 SPM에 비하여 특히 진동의 영향을 많이 받으므로 주변의 에어컨, 컴프레서, 팬 등 진동원을 완전히 제거하고 특수 방진테이블을 사용하며 열적 드리프트를 해소하기 위하여 일정한 온도와 습도 조절이 가능한 환경을 만들어야 한다. Fig. 13에 나노인덴테이션 주사탐침현미경 그림을 실었다. 주사탐침현미경은 미국의 디지털 인스트루먼트사, 미국의 씨모마이크로스코프사, 일본의 세이코인스트루먼트사, 러시아 등에서 제작하고 있고 국내에서는 피에스아이에스사에서 최근 국산화에 성공하였다. 나노인덴테이션 장비는 미국의 엠티에스사와 하이저트론사에서 제작하는데 엠티에스사는 전자기력을 사용하고 하이저트론사는 정전기력을 사용하는 특징이 있다. 국내에 주사탐침현미경은 백여대 이상이 도입 설치되어 있는 반면에, 나노인덴테이션 장비는 경남대, 서울대, 한국표준과학연구원, 등 10개 기관에만 도입 설치되어 있다.

#### 4. 결 론

21세기는 나노기술의 시대가 될 것으로 예측하고 있다. 나노인덴테이션 주사탐침현미경은 매우 새롭고 특별한 기능으로 나노소재의 특성평가분석에 중요한 역할을 할 것이다. 또한 나노인덴테이션 주사탐침현미경은 재료의 원자단위의 국부적 부분에서 표면구조, 특성, 현상 연구에 중요한 툴을 제공하고 있고 계속적으로 새로운 기능을 갖는 SPM이 개발되고 있으며, 향후 능동적 원자 매니플레이션, 표면 개질, 고집적 스토리지 등으로 기능 확대가 되는 등 매우 역동적으로 변화해가는 모습을 보이고 있어서 유용성을 갖춘 흥미로운 연구대상임이 틀림없다.

#### 참고 문헌

1. C. Bai, Scanning Tunneling Microscopy and its Application, Springer-Verlag Berlin (2000).
2. Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy, Ed. by D. Bonnell, Wiley-VCH, USA (2001).
3. R. Howland and L. Benatar, Practical Guide to Scanning Probe Microscopy, Park Scientific Instruments, USA (1996).
4. S. Hosaka, "Ultrahigh Density Recording Based on Scanning Probe Microscope Technology," Hyomen Gagaku, **18**(4), 219-225 (1997).
5. N. Mechanical, **509**, 46-49 (1997).
6. W.C. Oliver and G. M. Pharr, "An Improved Technique



- for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments," *J. Mater. Res.*, **7**(6), 1564-83 (1992).
7. 한준희, "나노인덴테이션 방법에 의한 박막의 경도 및 탄성계수 측정," 한국세라믹학회지, **37**(6), 596-603 (2000).
  8. 김봉섭, 윤준도, "나노인덴테이션 주사탐침현미경을 이용한 ITO 박막의 특성평가" 투고예정 (2002).
  9. T. Suzuki and T. Ohmura, "Development of Ultra-Microhardness Testing and Its Application to Materials Characterization," *Toraiborjisto*, **40**(3), 205-10 (1995).
  10. J. M. Sanchez, et. al, "Cross-sectional Nanoindentation: A New Technique for Thin Film Interfacial Adhesion Characterization," *Acta Mater.*, **47**(17) 4405-13 (1999).



**윤준도**

- 1975년 서울대학교 요업공학과
- 1982년 서울대학교 대학원
- 1982년 무기재료공학과
- 1984년 산업연구원
- 1987년 리하이대학교 대학원
- 1988년 재료과학공학과
- 1994년 경남대학교
- 1994년 신소재공학부 교수
- 현재 경남대학교 공동기기센터 전자현미경실 실장
- 경남대학교 신소재연구소 소장

**- 알 림 -**

- 최근 국내 대학의 세라믹관련 학과에 교수로 취임하거나 연구소에 연구원으로 취임하신 분은 ( )의 자료를 작성하여 보내주시면 본지 학회안내란에 게재하여 드리겠습니다(성명, 사진, 출생년도, 직장, 부서, 직급, 직장 전화, Fax, 간단한 학력과 경력, 학위논문제목, 학위수여대학, 수여년도).
- 각 대학교의 박사학위 수여자는 성명, 사진, 출생년도, 학위수여대학 및 학과, 학위수여일, 지도교수, 논문제목 및 논문요약(10행 이내)을, 석사학위자는 성명, 논문제목, 대학 및 학과, 지도교수, 학위수여일을 보내주시면 게재해 드립니다.