

AFM에서의 정량적 힘 측정을 위한 마이크로 캔틸레버의 강성 교정

김민석[#], 최재혁^{*}, 김종호^{*}, 박연규^{*}

Accurate Determination of Spring Constants of Micro Cantilevers for Quantified Force Metrology in AFM

Min Seok Kim[#], Jae Hyuk Choi^{*}, Jong Ho Kim^{*} and Yon-Kyu Park^{*}

ABSTRACT

Calibration of the spring constants of atomic force microscopy (AFM) cantilevers is one of the issues in biomechanics and nanomechanics for quantified force metrology at pico- or nano Newton level. In this paper, we present an AFM cantilever calibration system: the Nano Force Calibrator (NFC), which consists of a precision balance and a one-dimensional stage. Three types of AFM cantilevers (contact and tapping mode) with different shapes (beam and V) and spring constants ($42, 1, 0.06 \text{ N m}^{-1}$) are investigated using the NFC. The calibration results show that the NFC can calibrate the micro cantilevers ranging from $0.01 \sim 100 \text{ N m}^{-1}$ with relative uncertainties of less than 2%.

Key Words : AFM (원자힘 현미경), cantilever (캔틸레버), spring constant (스프링 상수), force metrology (힘측정)

1. 서론

원자힘 현미경(atomic force microscope, 이하 AFM)이 다양한 시료 표면을 원자 수준의 분해능으로 관찰하는 것을 가능케 함으로써 나노 기술의 시대를 열었다는 것은 주지의 사실이다. 하지만 최근에는 AFM 이 단지 시료표면의 형상을 관찰하는 용도 이외의 목적으로 사용되는 경우가 많으며 AFM 장비 자체도 하나의 기능에서 여러 기능을 함께 구현하는 장비로 진화하고 있다. Fig. 1은 AFM 의 다양한 용도를 나타낸 것이다. 그림에서 나타내었듯이 AFM 은 나노 리소그래피¹ (nano lithography), 나노-마이크로 물성 측정,^{2,4} 생체 분자

의 물성 측정⁵에 폭넓게 사용되고 있다. 이와 같은 용도에서 중요한 측정 물리량 중의 하나는 바로 힘이다.

AFM 에서 측정하는 힘의 크기는 사용하는 캔틸레버의 수직방향 강성(spring constant or stiffness 이하 강성)에 따라 다르지만 작게는 1 pN 에서 크게는 100 mN 에 이르고 있다. AFM 에서의 힘 측정 원리는 간단하다.

$$F = k \cdot x \quad (1)$$

식 (1)과 같이 캔틸레버의 끝단에 가해지는 힘(F)은 강성(k)과 끝단의 변형(x)을 곱하여 얻어진다. 끝단의 변형은 AFM 에서 널리 사용하고 있는 광

☞ 접수일: 2006년 11월 14일; 개재승인일: 2007년 3월 20일

교신저자: 한국표준과학연구원(KRISS) 기반표준부 역학그룹

E-mail: minsk@kribs.re.kr Tel. (042) 868-5242

* 한국표준과학연구원(KRISS) 기반표준부 역학그룹

지레(optical lever) 방식을 이용하여 측정할 수 있으며 단차 시편 또는 캔틸레버를 z 축 방향으로 구동하는 나노 스테이지를 이용하여 교정할 수 있다. 하지만 캔틸레버의 강성을 정확히 아는 것은 쉽지 않다.

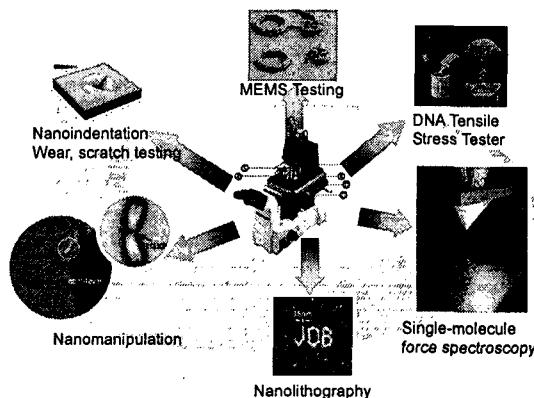


Fig. 1 Various applications of AFMs, in which small force metrology is required

대부분의 AFM 캔틸레버는 반도체 공정을 이용하여 실리콘이나 질화실리콘으로 만들어지는데 공정 특성상 캔틸레버의 치수들을 정확히 조절하기 힘들며, 특히 캔틸레버의 두께의 경우 더 힘들다. 두께가 10% 오차를 가지고 있다면 강성은 약 33% 오차를 가지게 되므로 캔틸레버 제조사들도 명목 강성 값을 제시하고 있지만 넓은 허용범위를 주고 있다. 따라서 캔틸레버의 강성 교정은 AFM 을 이용하여 물성을 측정하려는 연구자들의 이슈가 되고 있다.⁴

이러한 문제점을 해결하기 위하여 지난 15년간 많은 캔틸레버 강성 교정 방법이 제안되었으며 최근에는 교정 방법의 비교 결과^{6, 7}도 발표되었다. 각각의 방법은 그 나름대로의 장점과 단점을 가지고 있으며 그 중 열잡음(thermal noise) 방법⁸은 상용화되어 여러 AFM 장비의 모듈로 장착되었으며 캔틸레버 로딩 방법(cantilever-on-cantilever)⁹에 필요한 기준 캔틸레버도 시편으로 제작되어 시판되고 있다. 하지만 지금까지 제안된 방법의 공통적인 문제는 교정 상대불확도가 5%에서 30%에 이르며^{6, 7} 국제단위계(SI units)와의 소급성도 없다는 것이다. 기존 방법의 불확도가 큰 이유는 강성을 계산하기

위해 캔틸레버의 치수들(주로, 길이와 너비) 또는 캔틸레버의 재료 물성 값들을 사용하거나 복잡한 모델에 의존하기 때문이다. 따라서 AFM에서의 정량적이고 국제단위계에 소급 가능한 힘 측정을 위하여 새로운 교정 방법을 제안할 필요가 있다.

최근 본 연구팀은 기존 교정 방법의 불확도 수준보다 10 배 정도 개선시키고 또한 국제단위계에 소급 가능한 캔틸레버 강성 교정을 목적으로 나노힘 교정기(Nano Force Calibrator, 이하 NFC)를 개발¹⁰하고 압저항 캔틸레버를 이용한 여러 실험을 통하여 교정 불확도를 평가하였으며¹¹ AFM에서의 물성 측정용으로 고안한 대칭형 캔틸레버의 스프링 상수를 교정하였다.¹² 이번 논문에서는 상용 AFM 캔틸레버의 스프링 상수를 교정하고 교정 불확도를 산출한 결과를 싣는다. 또한 NFC를 이용하여 다양한 상용 AFM 캔틸레버들의 강성 교정이 가능함을 보이고 교정 결과로부터 캔틸레버의 강성을 교정하지 않았을 때의 힘 측정 오차에 대해 논의한다. 실험에 사용한 캔틸레버는 모두 Veeco 사 제품으로 3 가지 타입이 있다. 첫 번째는 빔 형태의 접촉 모드(contact mode) 캔틸레버로 제조사에서 제공한 명목 강성은 0.9 Nm^{-1} 이며, 두 번째는 마찬가지로 빔 형태이지만 비접촉 모드(non-contact mode)에서 동작하는 42 Nm^{-1} 강성을 지닌 캔틸레버이며 마지막 세 번째는 V 자 형상을 가지고 있으며 접촉 모드에서 동작하는 강성 0.06 Nm^{-1} 의 매우 유연한 캔틸레버이다.

2. 나노 힘 교정기(NFC)

2.1 교정 시스템

Fig. 2(a)와 2(b)는 각각 나노힘 교정기의 실물 사진과 NFC를 이용한 캔틸레버 교정 원리를 간략하게 도시한 것이다. NFC는 분해능 $0.1 \mu\text{g}$ 를 갖는 5 g 용량의 정밀저울(Mettler-Toledo Ltd., UMX5 model)을 이용하여 캔틸레버의 텁 또는 끝단에 작용하는 힘을 측정한다. NFC가 설치된 장소의 중력 가속도는 $(9.7983 \pm 0.001) \text{ ms}^{-2}$ 로 측정되었으므로 질량 $0.1 \mu\text{g}$ 에 의해 발생되는 실하중은 0.97983 nN , 약 1 nN 에 해당된다. 즉 나노힘 교정기의 힘 분해능은 약 1 nN 이다. 캔틸레버와 접촉하여 저울로 하중을 전달하는 하중 버튼은 직경 1 mm의 광학 유리(BK7)로 만들어진 구 렌즈(ball lens)를 사용하였다. 텁이 없는 캔틸레버를 교정할

때는 접촉 부위를 한정하기 위해 텁 반경이 약 3 μm 인 뾰족한 바늘로 교체한다.

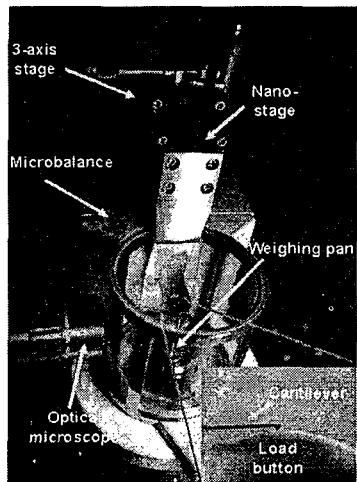


Fig. 2(a) A photo of the Nano Force Calibrator (NFC)

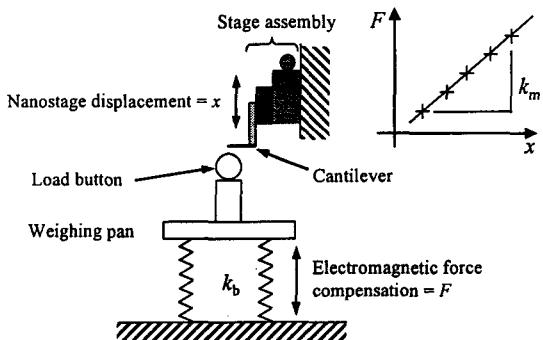


Fig. 2(b) The principle of calibration using the NFC

캔틸레버는 두 개의 위치결정기구의 조합에 의해 움직이는데 그 중 하나는 마이크로미터가 장착된 3 축 스테이지이며 약 1 μm 의 분해능으로 캔틸레버를 초기에 하중 베른 위에 위치시킬 때에 사용하며 나머지 하나는 1 축 나노 스테이지로 스테이지 안에 정전용량 변위 센서가 장착되어 있어 1 nm의 분해능으로 최대 100 μm 변위를 움직일 수 있다. 강성 교정 시 캔틸레버는 나노 스테이지에 장착되어 저울의 축 방향으로 일정한 범위를 자동으로 움직이게 된다. 나노 스테이지는 3 축 스테이지에 조립되어 있으며 이 스테이지 조립품은 정밀 저울의 케이스 위에 장착되어 있다. 캔틸레버는 'L'자 모양의 블록에 조립되어 나노 스테이지에

연결된 지그에 부착된다. 캔틸레버를 방향을 조절하기 위한 장치는 설치하지 않았으며 캔틸레버를 장착할 때 추가 정렬이 필요하지 않도록 각 스테이지와 지그의 조립 시 박음핀을 이용하였으며 블록을 지그에 편리하게 조립할 수 있도록 가이드를 가공하였다. Fig. 2(a)의 삽입 그림에서 보듯이 캔틸레버를 하중 베른에 위치시킬 때 광학 현미경을 이용하여 캔틸레버의 위치와 정렬상태를 확인하였다.

측정결과가 환경 변화의(온도, 공기 유동, 음향 등) 영향을 적게 받도록 NFC는 두께 50 mm의 단열판으로 만들어진 박스 안에 설치되었다. 박스 안의 온도변화는 약 30 분 동안 0.001 $^{\circ}\text{C}$ 이하였다. 한편 외부로부터의 진동을 차단하기 위해 박스는 방진 시스템을 갖춘 광학 테이블 위에 설치되었으며 광학 테이블은 건물과 분리된 콘크리트 블록 위에 설치되었다.

2.2 캔틸레버 강성 교정 원리

NFC를 이용한 강성 교정의 원리는 간단하다. 캔틸레버를 하중 베른에 접촉시킨 후 일정한 변위 만큼 아래로 여러 스텝으로 움직여 각 스텝마다 하중 베른에 가해지는 힘과 움직인 변위를 기록한다. 힘은 저울로부터 지시 값을 읽어 힘으로 환산하여 구하고 변위는 나노 스테이지의 변위센서 출력을 읽어 구한다. 각 스텝에서의 힘과 변위를 Fig. 2(b)의 삽입 그림처럼 힘-변위 그래프로 그린 후 각 점들을 직선으로 맞춤 하여 기울기를 구하면 캔틸레버의 강성이 얻어진다. 하지만 교정하려는 캔틸레버의 강성이 크다면 저울의 강성에 의한 오차를 보정해 주어야 한다.

아주 작은 힘이라도 감지하기 위하여, NFC에서 사용한 정밀저울에는 탄성 굽힘체로 만들어진 고감도 선형 가이드가 존재한다. 따라서 선형 가이드의 강성은 매우 낮다(0.01 Nm^{-1} 이내). 하지만 외부에서 가해진 힘을 저울 자체에서 전자기력을 이용하여 보상하기 때문에 이론적으로 저울의 강성(k_b)은 무한대이지만 실제로는 어느 정도 큰 값을 지닌다. 저울의 팬에 질량 값을 알고 있는 추를 올려놓고 팬의 저짐량을 배율이 교정된 광학 현미경으로 측정하여 저울의 강성을 알아내었다. 저울의 강성은 $(1585 \pm 100) \text{ Nm}^{-1}$ 로 측정되었다. 한편, 나노 스테이지와 3 축 스테이지로 구성된 스테이지 조립품의 강성은 약 63400 Nm^{-1} 로 측정되

어 교정하려는 캔틸레버의 강성보다 매우 크므로 무시해도 좋다. 보정된 캔틸레버의 강성(k_c)은 측정된 강성(k_m)으로부터 다음과 같은 식으로 구할 수 있다.

$$\frac{1}{k_c} = \frac{1}{k_m} - \frac{1}{k_b} \quad (2)$$

식(2)으로부터 만약 강성이 1 Nm^{-1} 인 캔틸레버를 교정한다면 보정된 강성과 측정된 강성의 차이는 0.06%로 작지만 강성이 큰 비접촉 모드로 동작하는 캔틸레버를 교정할 경우, 강성이 100 Nm^{-1} 일 때, 보정전과 후의 차이는 6% 정도이므로 무시할 수 없는 양이다.

3. 캔틸레버의 강성 교정

3.1 캔틸레버

앞 절에서 언급하였듯이 교정에 사용된 캔틸레버는 모두 3 가지 타입이다. Table 1에 주요 특징들을 정리하였으며 Fig. 3에 캔틸레버의 SEM 사진을 나타내었다. 모델명이 MPP31120인 첫 번째 캔틸레버는 다이빙 보드 형태이며 접촉모드에서 동작하고 명목 강성은 0.9 Nm^{-1} 이지만 제조사의 카탈로그에 의하면 $0.45 \sim 1.8 \text{ Nm}^{-1}$ 사이의 값을 갖는 것으로 표기하고 있다. 두 번째 캔틸레버는 모델명이 TESP이며 MPP31120 캔틸레버와 같이 다이빙 보드 형상을 가지고 있다. 다만 길이가 MPP31120 보다 짧아 명목 강성이 42 Nm^{-1} 로 크고 따라서 비접촉 모드에서 사용된다. 제조사에서 표기한 강성의 범위는 $20 \sim 80 \text{ Nm}^{-1}$ 이다. 마지막 캔틸레버는 모델명이 DNP20이며 접촉 모드로 동작한다. DNP20 캔틸레버는 앞의 두 캔틸레버와 다르게 V자 모양을 하고 있다. 하나의 침에는 각기 다른 4개의 캔틸레버 있는데 캔틸레버의 명목 강성은 각각 $0.06, 0.12, 0.32, 0.58 \text{ Nm}^{-1}$ 이다. 이번 실험에서는 다양한 강성을 가진 캔틸레버를 교정하기 위하여 가장 유연한 0.06 Nm^{-1} 강성을 갖는 캔틸레버를 골라 측정하였다. 같은 웨이퍼에서 생산된 캔틸레버의 특성 변화를 알기 위하여 각각 타입에 대하여 동일 배치에서 나온 4개의 캔틸레버를 골라 교정하였다.

3.2 NFC를 이용한 교정

교정을 위한 첫 번째 단계는 3축 스테이지를 이용하여 광학 현미경으로 캔틸레버의 움직임을

관찰하면서 캔틸레버를 하중 버튼 위 $30 \sim 50 \mu\text{m}$ 사이에 위치시키는 것이다. 그 다음 나노 스테이지를 움직여 저울의 하중 변화를 관찰하면서 캔틸레버와 하중 버튼의 접촉 위치를 찾는다. 접촉 위치에서 $0 \sim 1 \mu\text{m}$ 하중 버튼 위를 초기 위치로 잡는다.

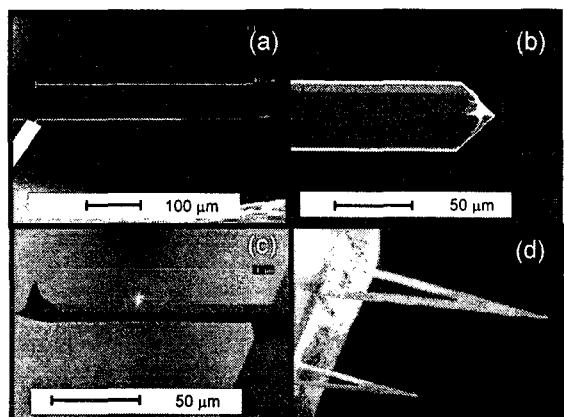


Fig. 3 SEM images of three types of cantilevers to be investigated: (a) Side and (b) plan view of the MPP 31120 contact mode cantilever (c) TESP tapping mode cantilever (d) DNP20 V-shape contact mode cantilevers

Table 1 Salient features of the AFM cantilevers

Features	Model		
	MPP31120	TESP	DNP20
Operation mode	Contact	Non-contact	Contact
Stiffness	0.9 N m^{-1}	42 N m^{-1}	0.06 N m^{-1}
Length	450 μm	125 μm	196 μm
Width	35 μm	30 μm	23 μm
Thickness	4 μm	4 μm	0.6 μm
Material	<i>n</i> -doped silicon		Silicon nitride
Manufacturer	Veeco Corp.		

수동으로 캔틸레버를 초기 위치에 갖다 놓으면 교정의 나머지 단계는 모두 LabVIEW™를 이용한 자동화 프로그램에 의해 실행된다. 나노 스테이지가 일정한 변위만큼 움직이면 캔틸레버가 하중 버튼에 힘을 가하게 되고 저울의 지시 값이

안정화 될 때까지 30 ~ 70 초를 기다린 후 10 초 동안 저울의 지시 값과 변위 값을 수집하여 평균 한다. 이러한 변위 스텝을 몇 번 반복하여 여러 (힘-변위) 데이터를 획득한 후 그라프로 그려 각 점을 직선으로 맞추고 직진성을 확인하고 기울기를 구한다. 이 때, 힘-변위의 선형 관계를 유지하기 위하여 최종 캔틸레버 끝단의 변형량은 캔틸레버 길이의 10 분의 1보다 작아야 된다.

Fig. 4(a)는 MPP31120 캔틸레버의 힘-변위 그래프이다. 그래프에서 첫 번째 점은 초기 위치이므로 아직 캔틸레버와 하중 버튼이 접촉하지 않은 상태였음을 알 수 있고 두 번째 점에서 힘의 크기는 약 -150 nN 정도로 캔틸레버와 하중 버튼 사이에 인력이 작용했는데 이는 캔틸레버의 팁과 하중 버튼이 매우 가까워져(0.3 μm 이내) 반데르발스 인력과 표면의 수분에 의한 표면장력 효과가 함께 작용한 것이다.¹³ 따라서 물리적 접촉은 3 번째 점부터 일어났다고 할 수 있다. 최대 캔틸레버의 변형량은 10 μm 정도로 캔틸레버 길이에 비해 충분히 작으며 이때, 접촉 힘은 11 μN 이었다. 3 번째 점부터 나머지 점까지 선형 회귀법을 이용하여 직선으로 맞추었으며 각 점이 직선에서 벗어난 양은 모두 최대 하중의 ±0.1% 이내로 그래프에서 보듯이 힘-변위 관계는 매우 선형적임을 알 수 있다. 이런 선형적인 관계로 보아 팁은 접촉점을 중심으로 회전하였음을 알 수 있다. 만약 팁이 미끄러졌다면 접촉점이 바뀌어 선형적인 관계가 나올 수 없다.¹¹

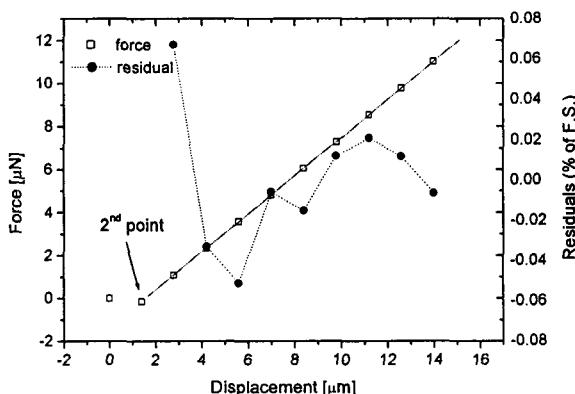


Fig. 4(a) Force versus displacement curve showing the linear bending property of the MPP31120 cantilever

직선의 기울기는 캔틸레버의 강성을 나타낸다. 변형량 10 μm에서 캔틸레버의 선형성이 확인이 되었으므로 여러 (힘-변위) 데이터들을 얻기 위해 여러 스텝으로 움직이는 것보다 큰 하나의 스텝으로 움직여 기울기를 구하는 것이 교정 시간 단축을 위해 바람직하다. 따라서 캔틸레버를 움직여 하중 버튼에 약 10 ~ 100 nN에 해당되는 사전 하중을 가한 후 10 μm 크기의 하나의 스텝을 가해 힘 변화량과 변위 변화량의 비를 계산하여 강성을 구하였다.

Fig. 4(b)는 측정의 반복성을 확인하기 위해 3 일에 걸쳐 2 시간 간격으로 측정한 결과이다. 모든 측정 결과 값들은 평균값에서 0.7% 편차 이내에 있으며 시간에 따른 변화는 발견하지 못했다. 표준편자는 평균값의 0.3% 이내였다.

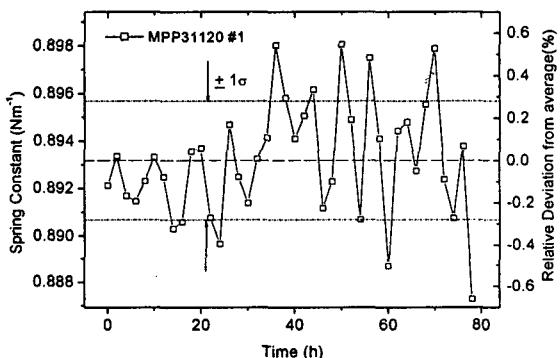


Fig. 4(b) Scatter of the stiffness of the MPP31120 cantilever during a period of three days

마찬가지로 TESP 캔틸레버를 교정하였다. Fig. 5(a)는 TESP 캔틸레버의 힘-변위 그래프이며 총 변형량은 약 5 μm으로 캔틸레버 길이의 약 25 분의 1 이었다. 이때 가해진 힘은 130 μN 정도이다. 힘-변위의 관계는 선형적이며 각 점이 직선에서 벗어난 양은 모두 ±0.2% 이내였다. 힘-변위의 선형성을 확인한 후, 팁을 하중 버튼에 약간 접촉시켜 사전 하중을 가한 뒤, 5 μm 스텝만큼 한번에 움직여 강성을 구하였다. Fig. 5(b)는 반복 측정의 결과이다. 측정 값들의 표준편자는 평균값의 0.4% 정도로 MPP31120 캔틸레버의 측정 값들의 상대표준편자 0.3 %보다 크다.

이는 TESP 캔틸레버의 강성이 MPP31120 캔틸레버의 강성보다 더 크므로 TESP 캔틸레버를 교정할 때 나노 스테이지에 의한 미세한 변위의 흔

흔들림이 저울에 더 큰 힘의 변동량을 유발하기 때문인 것으로 추측된다.

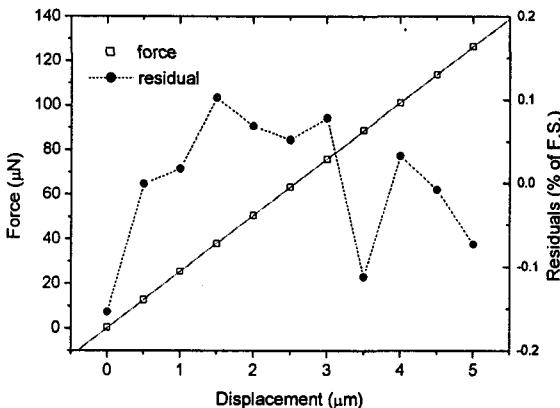


Fig. 5(a) Force versus displacement curve showing the linear bending property of the TESP cantilever

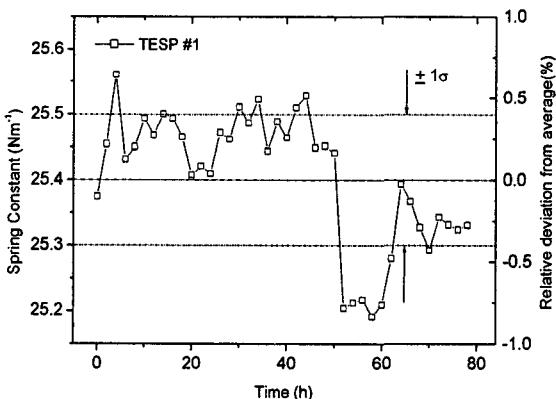


Fig. 5(b) Scatter of the stiffness of the TESP cantilever during a period of three days

DNP20 캔틸레버도 마찬가지로 교정하였으며 힘-변위 그래프와 측정값 변동 그래프를 Fig. 6(a) 와 Fig. 6(b)에 각각 나타내었다. 총 변형량은 약 10 μm 정도로 캔틸레버 길이의 20 분의 1에 해당한다. 이 때, 측정한 최대 힘은 600 nN 보다 약간 작다.

교정에 사용한 힘의 영역이 (0~600) nN 정도로 정밀저울의 용량 50 mN 보다 매우 작음에도 불구하고 힘-변위 그래프는 직선으로 잘 표현되며 각 점이 직선에서 벗어난 양은 최대 하중의 ±0.3% 이내였다. 하지만, 다른 타입의 캔틸레버 교정 곡선보다 선형성이 조금 떨어지는 이유는 낮은 힘 영역에서 저울의 분해능에 의한 효과 및 접촉에

의한 효과 등이 상대적으로 커지기 때문이라고 할 수 있다. 반면, 측정값들의 상대표준편차는 0.12%로 작았다. 이유는 앞서 언급했지만 DNP20 캔틸레버의 강성이 낮아 변위의 흔들림이 저울에 영향을 별로 주지 않았기 때문이다.

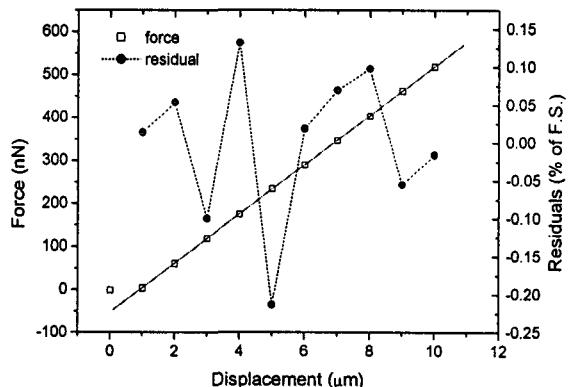


Fig. 6(a) Force versus displacement curve showing the linear bending property of the DNP20 cantilever

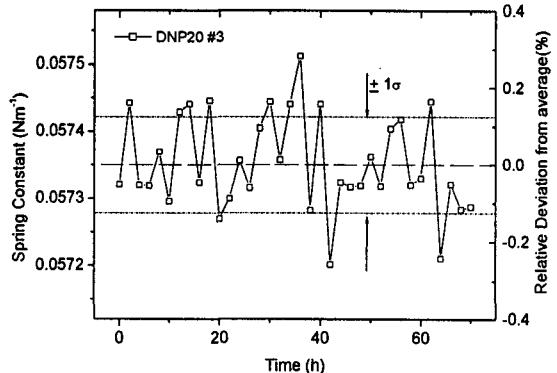


Fig. 6(b) Scatter of the stiffness of the DNP20 cantilever during a period of three days

4. 불확도 산출

“불확도가 없는 측정 결과는 차라리 측정 안하는 것 보다 못하다.”라는 말처럼 측정 결과 값에 대한 불확도 산출은 매우 중요하다고 할 수 있다. 캔틸레버 강성을 결정하는 데 있어 중요한 불확도 인자인 힘과 변위 측정 불확도에 대해 알아보고 캔틸레버 강성 교정의 전체 불확도를 산출 한다.

4.1 저울의 불확도 산출

힘 측정의 불확도는 저울의 불확도와 중력 가속도 측정의 불확도를 합성하여 얻을 수 있다. 중력 가속도 측정의 상대불확도는 10^{-5} 정도로 저울의 불확도에 비해 충분히 작으므로 힘 불확도에 거의 영향을 끼치지 않는다. 따라서 저울의 불확도를 산출하면 힘의 불확도와 거의 같다. 저울의 불확도를 산출하기 위해 KRISS에서 교정 받은 E1급의 분동을 사용하여 전기식 저울의 교정 절차(KRISS C-04-1-0030-2001)에 따라 저울을 평가하였다. 사용한 분동은 총 6 개이며 공칭 질량은 각각 1, 2, 5, 10, 20, 50 mg으로 하중 10, 20, 50, 100, 200, 500 μN 에 해당된다. Table 2는 6 개의 하중점에 대한 저울의 불확도를 나타낸 것이다. 1 mg에서 불확도는 $0.5 \mu\text{g}$ 이므로 상대불확도는 5×10^{-4} 이며 2 mg에서 불확도가 $0.6 \mu\text{g}$ 이므로 상대불확도는 3×10^{-4} 이다. 앞서 언급했듯이 MPP31120 캔틸레버를 교정할 때 사용한 힘의 크기는 $11 \mu\text{N}$ 이므로 1 mg과 2 mg 사이에 있으므로 이 때는 둘 중에 상대불확도가 큰 쪽의 상대불확도를 택한다.

Table 2 Uncertainty of the balance at six discrete loads

Quantity or Influence	Correction or Standard uncertainty in μg					
Indication (mg) ≈	1	2	5	10	20	50
Correction (C)	-0.1	-0.6	-0.7	-0.4	-0.6	-0.4
Repeatability	0.2	0.3	0.1	0.2	0.2	0.2
Resolution ($d/\sqrt{12}$)	negligible					
Test loads	0.5		1.0			
Weight buoyancy	negligible					
Uncertainty of correction $u(C)$	0.5	0.6	0.5	0.5	1.0	1.0

KRISS에서 교정 가능한 최소 질량은 1 mg 이므로 현재 그 이하의 질량에 대해선 분동으로 저울을 평가할 수 없다. 하지만 DNP20 캔틸레버의 경우 교정 시 사용한 힘은 600 nN으로 질량 1 mg에 해당하는 힘 $10 \mu\text{N}$ 에 훨씬 못 미친다. 따라서 저울이 수 μg 의 작은 영역에서도 선형 특성을 보

인다는 가정 하에 힘의 불확도를 유추하는 방법밖에 없다. Fig. 6(a)의 힘과 변위의 선형적인 관계가 이런 가정을 일부 뒷받침 해준다. 10 mg과 1 mg의 상대불확도는 각각 5×10^{-5} 이고 5×10^{-4} 이다. 이와 같은 추세로 상대불확도가 커진다고 가정하면 0.1 mg의 상대불확도는 5×10^{-3} (또는 0.5%)가 될 것으로 예상된다. 따라서 600 nN($\approx 0.06 \text{ mg}$)에서의 힘 측정 상대불확도는 안전하게 1% 정도일 것으로 유추할 수 있다.

4.2 변위의 불확도 산출

캔틸레버의 변위 불확도는 나노 스테이지 제조사가 제공해준 교정 데이터를 기초로 구하였다. 교정 성적서에 의하면 나노 스테이지의 변위는 상용 레이저 간섭계를 이용하여 전 행정 $100 \mu\text{m}$ 에 대해 $6 \mu\text{m}$ 간격으로 비교 측정되었다. 나노 스테이지의 비선형성과 반복도는 각각 최대 6 nm , 1.3 nm 이었다. 레이저 간섭계의 상대불확도는 무시할 만한 수준이므로 (10^{-5} 보다 작음) 나노 스테이지의 변위 상대불확도는 안전하게 $10 \mu\text{m}$ 변위에서 1×10^{-3} 로 유추할 수 있다.

4.3 합성 상대 불확도 산출

KRISS의 불확도 표현 지침¹⁴에 따르면 불확도는 A 형과 B 형으로 나뉜다. 반복 측정에서 얻은 표준편차는 A 형 불확도로 분류되고 힘과 변위의 불확도는 B 형으로 분류할 수 있다. 힘과 변위 불확도 이외에 B 형 불확도로 분류되는 여러 불확도 인자들이 있다. 이들은 저울의 강성, 비선형성, 캔틸레버 방향에 의한 불확도로 이에 대한 자세한 설명은 참고문헌¹¹을 참조하기 바란다. Table 3에 캔틸레버 타입 별로 1 개씩 측정한 결과와 그에 따른 상대불확도 인자와 합성상대표준불확도를 계산한 결과를 나타내었다. DNP20의 측정결과를 제외하고 모든 측정은 SI에 소급가능하며 상대불확도는 0.5% 이내였다. 하지만, 본 불확도 평가에서 고려하지 못한 미지의 오차 요인들을 고려할 때 1% 상대불확도면 안전할 것이라 생각된다. MPP31120과 TESP 캔틸레버 교정 불확도에서 가장 큰 부분을 차지하는 요인은 반복성에 의한 불확도였으며 DNP20의 경우 힘 측정 불확도가 가장 크며 교정결과가 SI에 소급성이 없는 것도 힘 측정에 기인한다.

Table 3 Uncertainty sources and their contribution to the overall uncertainty of the stiffness measurements of three types of cantilevers

Quantity or Influence (Q)		Relative standard uncertainty in percentage ($u=dQ/Q, \%$)			Uncertainty type
		MPP31120	TESP	DNP20	
Measured value ($N m^{-1}$)		0.893	25.40	0.057	
Repeatability, $u(k_r)$		0.3	0.4	0.15	A
Force	Correction, C_F	-0.01	-0.004	-	B
	$u(F)$	0.05	0.008	1	
Precision stage, $u(x)$		0.1	0.2	0.1	B
Balance stiffness	Correction, C_b	0.057	1.6	Negligible	B
	$u(b)$	0.004	0.1		
Non-linearity, $u(n)$		0.1	0.2	0.3	B
Orientation, $u(o)$		0.2	0.2	0.2	B
Combined relative standard uncertainty, u_c		0.38	0.5	1.1	
Corrected value with combined standard uncertainty ($N m^{-1}$)		0.893 ± 0.003	25.86 ± 0.13	0.057 ± 0.001	

Table 4 Calibration results of four cantilevers from same batch for each type

Cantilevers (nominal k)		Calibration results			
		Spring constant ($N m^{-1}$)	Standard deviation (%)	Relative uncertainty (%)	Deviation from the nominal (%)
MPP31120 ($0.9 N m^{-1}$)	1	0.893	0.3	0.5	-0.7
	2	0.794	0.6	1.0	-13.3
	3	0.810	0.3	0.5	-11.0
	4	0.833	0.2	0.5	-8.0
TESP ($42 N m^{-1}$)	1	25.85	0.1	0.5	-62.4
	2	26.56	0.6	1.0	-58.1
	3	24.60	0.7	1.0	-70.7
	4	28.61	0.6	1.0	-46.8
DNP20 ($0.06 N m^{-1}$)	1	0.061	0.1	2.0	2.1
	2	0.060	0.3	2.0	0.8
	3	0.055	0.2	2.0	-8.3
	4	0.056	0.2	2.0	-6.8

5. 결론 및 향후 계획

Table 4 는 각 타입 별로 4 개씩 교정한 결과와 상대불확도를 나타낸 것이다. 상대불확도는 교정 반복성에 따라 안전하게 0.5% 또는 1.0%를 주었으며 DNP20 캔틸레버는 힘 불확도가 1.0%이므로 총 상대불확도를 안전하게 2.0%로 계산하였다. 즉

정결과 중 주목할 만한 것들에 대해 언급하면 첫째, 세 타입의 캔틸레버 모두 같은 배치에서 생산된 캔틸레버 간의 강성 차이는 약 $\pm 10\%$ 이내였다. 즉, 같은 배치에서 생산된 캔틸레버라면 하나만 교정해도 나머지 캔틸레버는 약 $\pm 10\%$ 오차를 가지고 교정 없이 사용할 수 있음을 뜻한다. 두 번째로, MPP31120 과 DNP20 캔틸레버는 제조사에서

제시한 명목 값과의 차이가 모두 $\pm 15\%$ 이내이며 이는 교정하지 않고 $\pm 15\%$ 오차를 허용한다면 명목 값을 사용해도 좋다는 것을 의미한다. 하지만 다른 배치에서 생산된 캔틸레버도 교정한 후에 결론을 내리는 것이 더 좋을 것이다. DNP20 같이 강성이 낮은 캔틸레버에서 TESP 와 같은 비접촉 모드 캔틸레버까지 NFC 로 교정 가능함을 보였으며 측정 가능한 범위는 $0.01 \sim 100 \text{ Nm}^{-1}$ 일 것으로 예상된다. 측정 불확도는 1 Nm^{-1} 이상의 강성을 갖는 캔틸레버의 경우 1% 이내이며 1 Nm^{-1} 이하의 경우 2% 이내이다. DNP20 와 같이 강성이 낮은 캔틸레버의 교정 불확도를 줄이기 위하여 $10 \mu\text{N}$ 이하의 힘 영역에 대해 국제단위체계에 소급 가능한 저울 평가 기술을 개발하여야 하며 이는 차후에 수행할 예정이다. 또한 현재 널리 사용되고 있는 기존의 캔틸레버 강성 교정 기법과의 비교를 통해 여러 방법들의 불확도를 예측하고 평가하는 일이 필요하다.

참고문헌

- Park, J. W. and Lee, D. W., "Fabrication of Micro Diamond Tip Cantilever for AFM-based Tribonanolithography," *J. of the KSPE*, Vol. 23, No. 8, pp. 39-46, 2006.
- Kim, S. H. and Boyd, J. G., "A new technique for measuring Young's modulus of electroplated nickel using AFM," *Meas. Sci. Technol.*, Vol. 17, No. 8, pp. 2343- 2348, 2006.
- Bhushan, B. and Koinkar, V. N., "Nanoindentation hardness measurements using atomic force microscopy," *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 64, No. 13, pp. 1653-1655, 1994.
- Kim, J. H., Lee, H. J., Choi, B. I., Kang, J. Y. and Oh, C. S., "Mechanical Property Measurement in Nano Imprint Process," *J. of the KSPE*, Vol. 21, No. 6, pp. 7-14, 2004.
- Alessandrini, A. and Facci, P., "AFM: a versatile tool in biophysics," *Meas. Sci. Technol.*, Vol. 16, No. 6, pp. R65 -R92, 2005.
- Burnham, N. A., Chen, X., Hodges, C. S., Matei, G A., Thoreson, E. J., Roberts, C. J., Davies, M.C. and Tendler, S. J. B., "Comparison of calibration methods for atomic-force microscopy cantilevers," *Nanotechnology*, Vol. 14, No. 1, pp. 1-6, 2003.
- Gibson, C. T., Smith, D. A. and Roberts, C. J., "Calibration of silicon atomic force microscope cantilevers," *Nanotechnology*, Vol. 16, No. 2, pp. 234-238, 2005.
- Hutter, J. L. and Bechhoefer, J., "Calibration of atomic-force microscope tips," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 64, No. 7, pp. 1868-1873, 1993.
- Tortonese, M. and Kirk, M., "Characterization of application specific probes for SPMs," *Proceedings of SPIE*, Vol. 3009, pp. 53-60, 1997.
- Kim, M. S., Choi, I. M., Park, Y. K., Choi, J. H. and Kim, J. H., "Atomic Force Microscope Probe Calibration by use of a Commercial Precision Balance," *Proc. of KSPE*, pp. 637-640, 2005.
- Kim, M. S., Choi, J. H., Park, Y. K. and Kim, J. H., "Atomic force microscope cantilever calibration device for quantified force metrology at micro- or nano-scale regime: nano force calibrator (NFC)," *Metrologia*, Vol. 43, No. 5, pp. 389-395, 2006.
- Cho, K., Lee, H. J., Kim, J. H., Kim, M. S. and Baek, C. W., "A study of force calibration of symmetric AFM cantilever to standardize AFM nano-indentation tests," *Proc. of the 8th Korean MEMS Conference*, pp. 438-441, 2006.
- Bhushan, B. and Sundararajan, S., "Micro/nanoscale friction and wear mechanics of thin films using atomic force and friction force microscopy," *Acta Mater.*, Vol. 46, No. 11, pp. 3793-3804, 1998.
- <http://mu.kriss.re.kr>, "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement," 1998.