

AFM을 이용한 나노스케일 힘의 정량적 측정

정구현[†]

울산대학교 기계공학부

Quantitative Measurement of Nano-scale Force using Atomic Force Microscopy

Koo-Hyun Chung[†]

School of Mechanical Engineering, University of Ulsan

(Received January 25, 2012; Revised March 4, 2012; Accepted March 5, 2012)

Abstract – Atomic force microscopy (AFM) has been widely utilized as a versatile tool not only for imaging surfaces but also for understanding nano-scale interfacial phenomena. By measuring the responses of the photo detector due to bending and torsion of the cantilever, which are caused by the interactions between the probe and the sample surface, various interfacial phenomena and properties can be explored. One of the challenges faced by AFM researchers originates in the physics of measuring the small forces that act between the probe of a force sensing cantilever and the sample. To understand the interactions between the probe and the sample quantitatively, the force calibration is essential. In this work, the procedures used to calibrate AFM instrumentation for nano-scale force measurement in normal and lateral directions are reviewed.

Keywords – AFM cantilever (원자력현미경 외팔보), force calibration (힘 교정), force-distance curve (힘-변위 곡선), friction loop (마찰 곡선)

1. 서 론

Atomic Force Microscopy (AFM)[1]은 10 nm~100 nm의 끝단 반경을 가지는 탐침과 상대재료의 상호작용에 기초하여, 나노 스케일에서 표면을 관찰할 뿐만 아니라, 물리적, 화학적, 전기적, 기계적, 또는 압전 상호작용에 의해 발생하는 각종 현상들을 이해함으로써, 재료 및 표면의 특성을 분석하는데 효과적으로 활용되고 있다. 또한, 이러한 상호작용을 이용하여, 정보저장장치[2], 나노리소그래피[3] 등 많은 응용분야가 제시되어 왔으며, 이들을 실현하기 위한 노력이 지속적으로 이루어지고 있다.

AFM 탐침(probe)은 cantilever의 한쪽 면 끝단에 위치하며, 대부분의 AFM에서는 광학시스템을 이용하여

cantilever의 거동을 측정한다. 즉, 탐침과 상대 재료와의 상호작용으로 인하여 cantilever의 굽힘 또는 비틀림이 발생하고, 이에 따라 cantilever로부터 반사되어 나오는 레이저의 위치가 변하게 되며, photo detector 등을 이용하여 레이저의 위치변화를 측정하게 된다. 또한, 절대적인 변위를 측정하기 위해서 laser interferometer가 이용되기도 한다[4]. 이와 같이 cantilever의 거동을 이용하여 탐침과 상대재료 사이에서 발생하는 다양한 종류의 힘을 측정할 수 있는데, 예를 들어, cantilever의 수직방향 굽힘을 이용하는 force-distance curve, 혹은 force spectroscopy를 통하여, 응착력(adhesion)과 같은 표면특성을 측정하거나, 상대재료에 수직방향으로 적절한 힘을 가함으로써, 탄성계수나 경도와 같은 다양한 기계적 물성을 나노 스케일에서 측정할 수 있다[5-9]. 또한, cantilever의 비틀림 거동을 통하여, 탐침이 상대 재료와 상대운동 할 때 발생하는 마찰력이나, 상대재료

[†]주저자 · 책임저자 : khchung@ulsan.ac.kr

의 기계적 특성, 파괴 (fracture) 특성[10] 등을 분석할 수 있으며, 나노 스케일에서 재료를 조작하는 것도 가능하다. 현재 대부분의 AFM cantilever는 직사각형, 또는 V 형태로 제작되고 있으며, 실리콘과 실리콘 나이트라이드가 많이 사용된다.

AFM을 이용하여 탐침과 상대재료 사이에서 발생하는 힘을 정량적으로 분석하기 위해서는, 사용되는 cantilever의 수직(normal), 또는 수평(lateral) 방향 힘 교정 (force calibration)이 요구된다. 대부분의 경우, AFM cantilever 제조사들은 cantilever의 수직방향 강성 (normal stiffness)을 제공하고 있으나, 실제 값은 제공된 값과 큰 차이를 나타내는 경우가 많으며, 그 차이는 약 2배 이상에 이르기도 한다. 따라서, 정확한 힘을 측정하기 위해서는 각각의 cantilever에 대하여 힘 교정을 수행해야 한다. 많은 경우, 교정 과정은 cantilever의 수직, 혹은 수평방향 강성 (lateral stiffness)을 구하는 과정과 cantilever의 굽힘이나 비틀림에 대한 photo-detector의 응답특성을 구하는 과정으로 나눌 수 있으며, 이들을 측정하기 위한 다양한 방법이 제시되어 오고 있다[11,12]. 또한, 알고 있는 힘이나 비틀림 모멘트를 가하였을 때의 photo-detector의 응답을 직접적으로 구하는 방법도 함께 개발되고 있을 뿐만 아니라[13,14], 교정 중 상대재료와의 접촉으로 인하여 발생할 수 있는 파손을 방지하기 위한 비접촉식 방법도 제시되고 있다[15,16].

일반적인 AFM 탐침 외에, 정확하게 정의된 접촉기하나 화학적 표면처리 등이 필요한 경우, colloidal probe 가 제작되어 사용되기도 하므로, 이를 위한 교정 방법들도 제시되고 있다[17,18]. Colloidal probe는 수십 μm 의 반경을 가지는 구형 입자를 AFM cantilever에 부착하여 사용하는 경우가 많은데, 입자와 cantilever 사이에는 접촉제가 존재하며, 이러한 접촉제는 교정과정에서 변형될 수 있으므로 불확실도(uncertainty)를 유발한다. 또한, colloidal probe는 상대적으로 큰 접촉면적을 가지므로, 높은 응착력 및 마찰력을 가지는 경우가 많은데, 수직방향 교정시 이들의 영향이 반영되어 정확한 교정을 방해하기도 한다[17]. 그러나, colloidal probe는 수평방향 교정에는 비교적 유리하므로, colloidal probe 교정결과를 이용하여 또 다른 AFM 탐침을 교정하기도 하고 있다[18].

특히, 최근에는 바이오 재료를 분석하거나, 주변 환경의 영향을 고려하기 위하여 액체 환경에서 정량적 분석이 요구되는 경우가 많아지고 있다. 액체환경에

cantilever를 삽입할 경우, cantilever에 위치시키는 레이지를 다시 조정해야 하므로 액체 환경 내에서 교정을 수행하는 것이 좋은데, 액체 환경에서는 cantilever의 여러 특성이 바뀔에 따라 교정에 어려움이 따른다. 이에 따라, 액체 환경에서 힘 교정을 효과적으로 수행하는 방법들도 제시되고 있다[16,19]. 또한, 대기에서 cantilever의 강성을 얻고, 액체환경에서는 cantilever의 굽힘이나 비틀림에 대한 민감도만을 측정하여 사용할 수도 있다.

본 논문에서는 AFM을 이용하여 수직방향, 혹은 수평방향으로 발생하는 힘을 정량적으로 측정하기 위하여 필수적으로 요구되고 있는 교정방법들에 대하여 고찰하고자 한다. 특히, 실제 교정방법에 따라 발생할 수 있는 탐침의 파손 문제, colloidal probe의 교정, 액체환경에서 교정 등에 대하여 논함으로써, AFM 사용자들이 효과적으로 교정방법을 선택하고, 보다 정확하게 결과를 분석하는데 기여하고자 하였다. 본 논문에서는 먼저 수직방향 힘 교정 (normal force calibration), 수평방향 힘 교정 (lateral force calibration)에 관하여 각각 논하고, 액체환경에서의 교정방법에 대하여 고찰하고자 한다.

2. 수직방향 힘 교정 (normal force calibration)

AFM cantilever의 수직방향의 힘을 교정하는 방법은 수평방향에 비하여 비교적 간단하며, 많은 연구를 통하여 신뢰성 있는 방법들이 제시되어 오고 있다. 이러한 방법들은 크게, cantilever의 수직방향 강성과 처짐 민감도 (normal deflection sensitivity)를 각각 구하는 방법과, 알고 있는 힘을 직접 가함으로써 주어진 힘에 대한 민감도(force sensitivity)를 구하는 방법으로 나눌 수 있다. 먼저, Cantilever의 수직방향 강성은 이론적으로 계산하거나 FEM 해석을 통해 구할 수 있다. 이를 위해서는 cantilever의 기하학적 형상을 광학현미경 등을 이용하여 측정해야 하며, 특히 작은 강성을 갖도록 설계된 많은 cantilever 들은 $1\ \mu\text{m}$ 이하의 두께를 가지는 경우가 많으므로, 주사전자현미경(scanning electron microscopy, SEM) 이 이용되기도 한다. 이러한 방법은 특히 직사각형 형상을 가지는 cantilever에 대해서는 비교적 쉽게 구할 수 있으며, V 형 cantilever의 경우에도 parallel beam approximation을 통한 계산법이 제시되고 있다[20]. 이 경우 발생할 수 있는 주된 불확실도는 cantilever의 기하학적 형상 측정에서 발생하거나, cantilever 재료 (예: silicon nitride) 물성으로

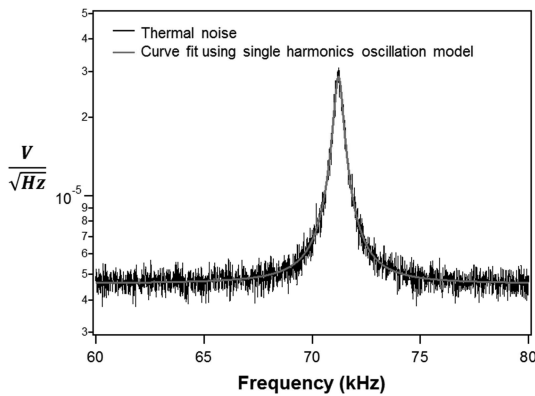


Fig. 1. Thermal noise graph of AFM cantilever with a resonance frequency of 71 kHz.

부터 기인한다.

Cantilever의 수직방향 강성을 얻는 가장 쉬운 방법 중 하나는 thermal noise 방법으로써[21], cantilever를 이상적인 스프링으로 가정하고, equipartition theorem에 기초하여 cantilever의 처짐에서 발생하는 thermal noise와 강성과의 관계를 구하는 방법이다. 최초로 thermal noise 방법이 제시된 후, 정적 처짐과 동적 진동모드 형태의 차이[22], 레이저의 크기 및 위치 [23], cantilever의 기울기각 (tilt angle) 등에 의한 불확실도[24] 등을 이해하고 보정하기 위한 연구가 이루어졌으며, 보다 정확한 측정을 위한 교정값(correction factor)가 제시되고 있다. Thermal noise 방법에서는 cantilever의 수직방향 처짐 민감도를 force-distance curve 등을 이용하여 구한 후, 공진주파수 및 quality factor 등을 얻음으로써 강성을 구할 수 있다. Fig. 1은 thermal noise 방법의 예로써 공진주파수 71 kHz를 가지는 cantilever의 thermal noise graph와 후 simple harmonic oscillator model을 이용한 fitting 결과를 나타낸다. 이와 같은 thermal noise 방법은 cantilever의 강성을 쉽게 얻을 수 있는 장점을 가지나, 만일 강성이 너무 크고, 공진주파수가 높을 경우 thermal noise가 너무 작게 발생하는 문제를 가지고 있다. 또 다른 방법으로, cantilever의 폭과 길이, 공진주파수와 quality factor만을 측정함으로써, hydrodynamic damping function을 이용하여 수직방향 강성을 쉽고 빠르게 얻을 수 있는 방법도 제시되고 있으며[25], 질량을 알고 있는 입자를 cantilever의 끝에 위치시킴으로써 발생하는 정적 처짐과 공진 주파수의 변화를 통하여 강성을

구하는 방법[11]도 많이 활용되고 있다. 특히, 이러한 방법들을 함께 수행하고 그 결과들을 비교함으로써 보다 정확하게 교정값을 도출하기도 한다.

Cantilever의 수직방향 처짐 민감도를 얻기 위해서는 force-distance curve, 혹은 force spectroscopy가 많이 이용된다. Force-distance curve는 cantilever의 굽힘 이외에 다른 탄성 변형의 영향을 줄이기 위하여 강제 (예: microscope slide) 인 표면 위에서 주로 얻으며, 접촉영역의 선형 부분 기울기로부터 cantilever의 굽힘에 따른 photo-detector의 출력 변화, 즉 수직방향 처짐 민감도를 결정할 수 있다. 이 때 기울기 선택 영역은 photo-detector의 선형구간을 벗어나지 않도록 해야 하며, 탐침이 상대 표면 위에서 cantilever의 축 방향으로 미끄러짐에 따라 hysteresis가 나타나는 경우도 있으므로 주의해야 한다. 또한, 접촉으로 인한 탐침의 파손[26]에도 유의해야 하는데, 탐침의 끝단 형상을 보존해야 하거나, 화학적인 표면처리가 이루어져 있는 경우에는 교정 중 파손을 피하기 위하여 비접촉식 방법들이 활용될 수 있다. 비접촉 방법들은 주로 앞서 설명한 방법들을 이용하여 cantilever의 수직방향 강성을 구한 후, 수직방향 처짐 민감도를 추정하는 방법이다 [15,16]. 그 밖에, 모든 실험을 종료한 후 교정을 수행하여 실험데이터에 반영하는 것도 탐침의 파손을 줄일 수 있는 효과적인 방법이다.

강체 표면과 강성을 알고 있는 스프링 위에서 교정하고자 하는 cantilever의 처짐을 각각 구하여 그 차이로부터 강성을 구하는 reference cantilever 방법[27]도 높은 신뢰성을 가지고 있는 것으로 보고되고 있다. 이때 스프링으로는 정확하고 정밀하게 교정된 reference cantilever가 많이 사용되며, 표준 cantilever가 제작되어 제시되기도 하였다[28]. 이 때 reference cantilever의 강성은 교정하고자 하는 cantilever의 수직방향 강성을 고려하여, 최대한 일치하도록 하는 것이 좋다.

수직방향 힘 민감도(normal force sensitivity)를 직접적으로 측정하는 방법도 다양하게 제시되고 있는데, piezo-resistive 센서를 이용하여 알고 있는 힘을 가하고 그에 대한 응답을 구하거나[13], 마이크로 스케일로 제작된 electrode를 이용하여 비접촉 상태에서 정전기력을 정밀하게 가하여 그 응답을 구하는 방법도 제안되었다[17]. 이 방법의 경우, 5% 정도의 높은 정밀도와 정확성을 가지는 동시에, surface potential을 함께 측정할 수 있는 장점이 있는 반면, 전도성을 가지는 colloidal probe만 가능하며 capacitance 측정 장비

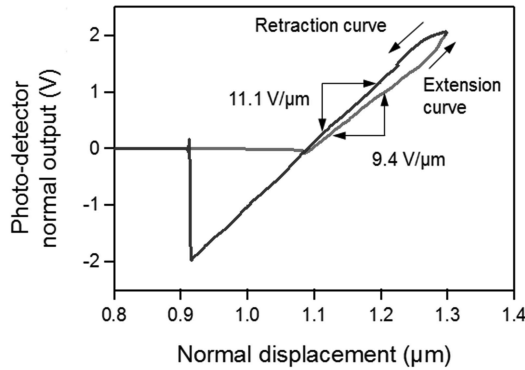


Fig. 2. Force-distance curve obtained on microscope slide using a colloidal probe.

요하는 단점이 있다.

끝단 반경 10~100 nm 정도를 가지는 AFM cantilever 이외에, 명확한 접촉기하를 얻기 위하여 주로 구형태의 마이크로 입자를 부착한 colloidal probe도 많이 사용되고 있다. Colloidal probe를 고정할 경우, 앞서 언급한 바와 같이 접촉제 변형에 의한 불확실도와 더불어, 마찰에 의한 영향이 크게 나타난다. 이는 colloidal probe가 상대적으로 큰 접촉면적을 가지기 때문으로, force-distance curve를 얻을 때 작용하는 cantilever의 축방향 마찰력은 큰 hysteresis를 유발하여 수직방향 처짐 민감도를 결정하는데 큰 영향을 미친다. Fig. 2는 이러한 예를 나타내는 것으로서, Au 코팅된 colloidal probe와 microscope slide 사이에서 얻어진 force-distance curve를 나타낸다. Extension과 retraction curve의 접촉영역 기울기가 확연한 차이를 나타내고 있음을 알 수 있다. 이 때 작용하는 마찰력의 크기는 같고, 방향이 반대인 것으로 가정할 수 있으므로, 두 curve의 평균값을 취함으로써 불확실도를 감소시킬 수 있을 것이다. 특히, 이러한 현상은 reference cantilever 위에서 force-distance curve를 얻을 경우 더욱 크게 나타나므로 유의해야 한다. 또한, 폴리머와 같이 탄성 계수가 작고, 점탄성 특성을 가지는 마이크로 입자를 이용하는 경우, 수직방향 처짐 민감도를 구하는 과정에서 입자 자체의 변형이 발생할 수 있으므로, 이를 고려하여 보정하는 것이 요구된다[17].

3. 수평방향 힘 교정 (lateral force calibration)

수평방향 힘 교정은 탐침과 상대재료가 상대운동 할

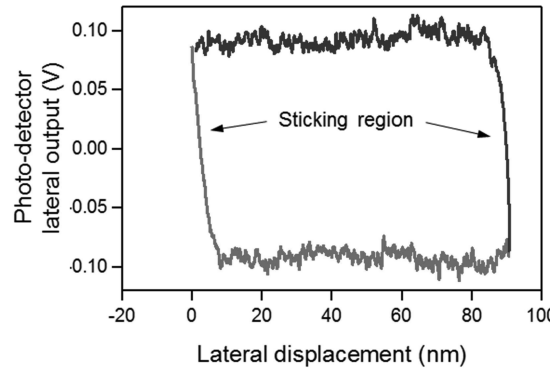


Fig. 3. Example of friction loop which shows the sticking of the tip on sample.

때 유발되는 cantilever의 비틀림을 이용하므로, 수직방향 힘 교정에 비하여 복잡하다. AFM cantilever가 비틀림을 일으킬 때, 비틀림 강성 (torsional stiffness)과 비틀림에 의해 나타나는 수평방향 강성은 다음의 관계를 가진다.

$$k_{lateral} = \frac{k_{torsion}}{\left(H + \frac{t}{2}\right)^2}$$

여기서, $k_{lateral}$ 은 비틀림에 의해 유발되는 수평방향 강성 (N/m), $k_{torsion}$ 은 cantilever의 비틀림 강성 (Nm/rad), H 는 탐침의 높이, t 는 cantilever의 두께를 나타낸다. 또한, 탐침과 상대재료가 접촉미끄럼 운동을 할 때, 탐침의 끝단에 작용하는 마찰력은 cantilever는 비틀림 및 면내(in-plane) 수평방향 굽힘을 일으키며, 접촉점은 접촉 강성을 가지고 있으므로, 총 수평방향 강성(k_{total})은 아래와 같이 표현할 수 있다.

$$\frac{1}{k_{total}} = \frac{1}{k_{lateral}} + \frac{1}{k_{in-plane}} + \frac{1}{k_{contact}}$$

여기서, $k_{lateral}$ 은 torsion에 의한 수평방향 강성, $k_{in-plane}$ 은 면내 수평방향 굽힘 강성, $k_{contact}$ 은 접촉 강성을 의미한다. Fig. 3은 AFM을 이용하여 마찰력을 측정할 때(friction loop)를 나타낸 것으로, cantilever가 좌우로 이동함에 따른 마찰력의 방향 차이로 인하여 hysteresis가 발생함을 알 수 있다. 많은 경우, AFM cantilever의 수평방향 처짐 민감도 (lateral deflection sensitivity)는 이와 같은 friction loop에서 cantilever가 움직이기 시작하는 지점, 즉, 좌우 끝지점의 기울기

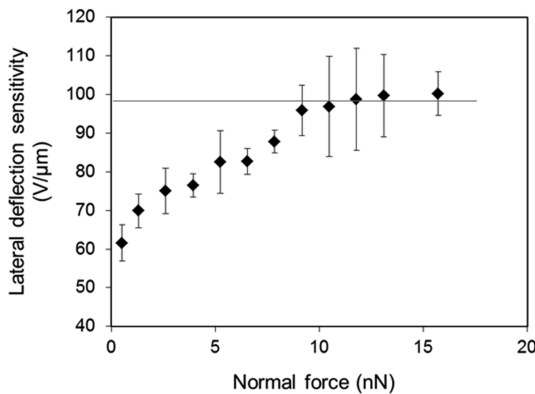


Fig. 4. Lateral deflection sensitivity with respect to applied normal force obtained from the friction loop.

부터 구할 수 있는데, 이 때 위에 제시한 각 스프링의 영향을 고려해야 한다. 특히, 접촉 강성이 비틀림 강성과 비슷한 정도의 값을 가지는 경우가 많으므로, friction loop로부터 얻은 수평방향 처짐 민감도는 실제 값보다 작게 측정된다. 이러한 영향은 접촉 강성이 접촉면적에 비례함을 이용하여, 보다 높은 수직하중에서 friction loop를 얻음으로써 줄일 수 있다. 그러나 높은 수직하중을 가했을 경우, 상대운동에 의하여 탐침의 파손이 가속될 수 있으므로 유의해야 한다. Fig. 4는 가한 수직하중에 따라 friction loop로부터 얻은 수평방향 처짐 민감도의 변화를 나타낸다. 수직하중이 증가함에 따라 수평방향 처짐 민감도도 증가하며, 10 nN 이상에서 비교적 일정해짐을 알 수 있다. 한편, cantilever의 총 수평방향 강성에 미치는 면내 수평방향 굽힘 강성의 영향은 cantilever의 기하학적 형상에 의하여 결정되는 경우가 많으므로, 마찰력의 측정을 위해서는 비틀림 강성에 비하여 면내 수평방향 굽힘 강성이 큰 cantilever를 사용하는 것이 좋다[29]. 이와 같이, 정확한 측정을 위해서는 접촉 강성이나 면내 수평방향 굽힘 강성의 영향을 최대한 배제하고, 순수 비틀림에 의하여 유발되는 수평 방향 강성만을 고려할 수 있는 경우가 유리하다.

수평방향 힘 교정방법도 비틀림에 의한 수평방향 강성과 수평방향 처짐 민감도를 각각 구하는 방법과, 알고 있는 비틀림 모멘트를 가하여 직접 그 응답을 구하는 방법으로 나눌 수 있다. 수직방향 굽힘 강성과 마찬가지로, 기하학적 형상으로부터 비틀림에 의한 수평방향 강성을 구할 수 있으며, thermal noise 방법을

이용하여 강성을 얻을 수도 있는데[30], 비틀림 모드 공진주파수는 굽힘모드에 비하여 그 값은 더욱 크고 진폭은 작으므로, 특히 높은 강성을 갖는 cantilever의 경우 측정에 어려움이 따르기도 한다. Cantilever의 수평방향 처짐 민감도는 앞서 언급한 바와 같이 friction loop가 이용될 수 있다.

직접적으로 비틀림 모멘트를 가하여 비틀림 민감도 (torsional sensitivity)를 구하는 방법으로는 wedge 교정 방법[14], pivot loading을 이용한 방법[31,32], piezo-resistive transducer등을 이용한 방법[33], 그리고 diamagnetic levitation 스프링을 이용한 방법[34] 등이 활용될 수 있다. Wedge 교정 방법은 일정한 각도로 기울어진 구조를 가지는 상대재료를 이용하여 측정하는 방법으로써, 탐침이 기울어진 면을 오르고 내릴 때 발생하는 신호의 차이로부터 마찰계수 및 비틀림 민감도를 동시에 구할 수 있다. 이 때 상대재료의 기울기를 알고 있어야 하므로, 결정면을 따라 에칭된 면이 많이 이용된다. 특히, 일반적으로 상용화되고 있는 실리콘 탐침의 높이는 $10\ \mu\text{m} \sim 15\ \mu\text{m}$, 실리콘 나이트라이드 탐침의 높이는 수 μm 정도를 가지는데, 탐침의 길이가 짧을 경우 cantilever의 아랫면이 상대 재료와 간섭 (interference)을 일으킬 수 있으므로, 상대재료의 구조는 기울기각이 작은 것이 유리하다. Wedge 교정 방법은 쉽고 빠르게 교정을 수행할 수 있는 장점을 가지고 있으므로 많이 활용되고 있는데, 교정과정에서 탐침은 상대면과 접촉을 일으키므로 마멸이 발생할 수 있으므로 유의해야 한다. 또한, wedge 교정 과정에서 접촉 강성에 의한 영향이 나타날 수 있으므로, 이를 고찰하고 보정하기 위한 방법이 제시되었으며[35], colloidal probe를 위한 방법도 제시되었다[36].

Pivot loading 방법의 경우, cantilever의 중심축으로부터 일정한 거리를 두고 수직하중을 가함으로써, cantilever의 비틀림을 유발하고 그에 대한 민감도를 측정하는 방법인데, 일반적으로 상용화되어 있는 cantilever의 경우에도 주어진 폭을 이용하여 효과적으로 측정할 수 있음이 제시되었다[32]. 특히, 비틀림 민감도는 cantilever의 길이에 비례함을 이용하여, 탐침 위치에서 비틀림 민감도를 직접 측정하기 힘들 경우, 탐침으로부터 일정거리 떨어진 곳에서 측정하여 그 값을 정확하게 추정할 수 있는 장점이 있다. 최근에는 이러한 방법을 더욱 확장하여 보다 큰 비틀림 모멘트를 가함으로써 측정의 정밀도를 높일 수 있는 “T” 형태의 cantilever가 개발되어 제시되고 있다[37]. 한편,

piezo-resistive cantilever 를 이용하여 수평방향 힘을 교정하는 방법도 제시되고 있기는 하나[33], piezo-resistive cantilever 나 reference cantilever를 이용하는 경우에는 경사가 있는 탐침의 옆면과 접촉을 해야 할 뿐만 아니라, 교정과정에서 탐침의 끝단을 파손시킬 우려가 있으므로, 수평방향 힘 교정에 활용되기는 쉽지 않다. 한편 diamagnetic levitation 스프링을 이용한 방법은 미끄럼 운동없이 탐침의 파손을 최소화시키면서 정확한 교정을 수행할 수 있는 장점을 가진다.

Colloidal probe의 경우, 수십 μm 정도의 직경을 가지는 입자가 많이 이용되므로, 큰 접촉면적을 가질 뿐만 아니라, 비틀림에 의해 유발되는 수평방향 강성도 상대적으로 작다. 따라서, 접촉 강성이나 면내 수평방향 굽힘에 의한 영향이 적게 나타나므로 수평방향 힘 측정에 유리하다. 또한 colloidal probe를 이용하는 경우에는 cantilever의 다른 부분과의 간섭 없이, 입자의 가장 바깥쪽 지점에서 piezo-resistive transducer나 reference cantilever를 이용한 교정(equatorial loading)이 가능하며, 특히, 전도성을 가지는 경우에는 정확한 정전기력을 이용한 정확한 교정이 가능하다[38]. 그러나 이와 같은 경우에는 교정을 하는 위치와 실제 마찰력이 발생하는 지점과의 높이 차이가 있으므로 보정해 주어야 한다. 또한, diamagnetic levitation 스프링을 이용한 방법도 colloidal probe에 대해서 효과적으로 사용될 수 있다.

4. 액체 환경에서의 교정

서론에서 언급한 바와 같이, 액체에 cantilever를 삽입할 경우 cantilever 위쪽 면에 위치시키는 레이저의 위치를 다시 조정해야 하므로 대기 중에서 수행한 교정결과를 바로 활용하기는 어렵다. 따라서 액체 환경에서 교정을 수행해야 하는데, 이 때 대기 중에서 먼저 수행한 교정결과를 활용하여 그 과정을 최소화할 수 있다. Cantilever를 액체에는 삽입한 후 force-distance curve 등을 이용하여 수직방향 혹은 수평방향 처짐에 대한 민감도를 얻을 수 있으며, 각 방향의 강성도 대기중과 마찬가지로 thermal noise, 혹은 hydrodynamic damping function 등을 이용하여 얻을 수 있다. 그러나 많은 경우, 액체 환경 내에서 얻은 값은 큰 불확실도를 가지는 경우가 많으므로, 대기 중에서의 강성을 구한 후, 액체 환경에서는 force-distance curve나 friction loop 등을 통하여 처짐에 대한 민감도만을

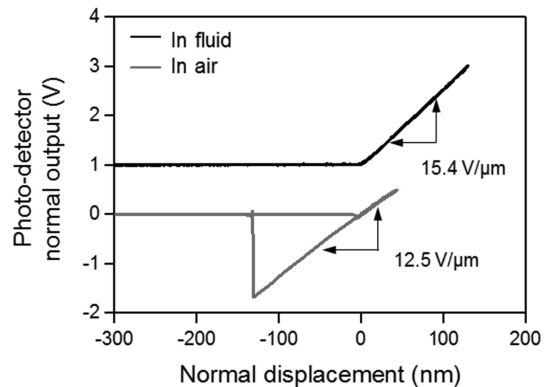


Fig. 5. Force-distance curves in air and in fluid.

측정하여 활용하기도 한다. Fig. 5는 cantilever의 수직 방향 처짐 민감도가 대기중과 액체환경에서 다르게 나타남을 보여주는 예로써, 대기와 액체 환경에서 수직 방향 처짐 민감도는 각각 $12.5 \text{ V}/\mu\text{m}$ 와 $15.4 \text{ V}/\mu\text{m}$ 로 나타났다. 또한, Fig. 5에 제시된 바와 같이, 액체 내에서 pull-off force가 급격하게 감소함을 알 수 있는데, 이는 meniscus의 형성이 거의 없어짐에 기인한다.

Reference cantilever를 이용하는 방법은 액체 환경에서 비교적 쉽게 활용될 수 있으며, 특히 colloidal probe의 수평방향 교정에 효과적으로 활용될 수 있다. 또한, 액체 환경에서 실시간으로 교정 하는 방법으로써 hydrodynamic drag force를 이용하는 방법도 제시되고 있다[19]. 그러나 액체환경에서 piezo-resistive transducer나 electrostatic force를 이용하여 직접적인 교정을 하는 것은 dielectric fluid 이외에는 현실적으로 어렵다.

5. 결 론

본 연구에서는 AFM을 이용하여 표면이나 재료의 특성을 정량적으로 분석할 때 필수적으로 요구되는 힘 교정 방법들에 대하여 고찰하였다. 현재까지 제시되고 있는 여러 교정 방법들을 cantilever의 강성과 처짐 민감도를 각각 구하는 방법과, 직접 힘에 대한 민감도를 측정하는 방법들로 나누어 비교하였으며, 교정을 수행할 때 불확실도를 증가시킬 수 있는 요인들에 대하여 고찰해 보았다. 수직방향 힘 교정의 경우, 현재까지 제시되고 있는 방법 중, thermal noise 방법, hydrodynamic damping function을 이용한 방법들이, 다른 교정된

cantilever나 측정 장비 없이, 비교적 쉽게 활용될 수 있음을 알 수 있다. 수평방향 힘 교정의 경우에는, 수평방향 강성은 비교적 정확하게 얻을 수 있으나, 접촉 강성과 면내 수평방향 굽힘 강성의 영향에 의하여, 처짐 민감도를 쉽고 정확하게 측정하는 방법은 현재까지 명확하게 제시되지 않고 있다. 액체 내에서의 힘 교정은 상대적으로 높은 불확실도를 가지기 쉬운데, reference cantilever 방법이 비교적 쉽게 활용될 수 있으며, 특히 colloidal probe의 경우 효과적으로 활용될 수 있다. 이와 같이, AFM을 이용하여 나노 스케일에서 발생하는 힘을 정량적으로 측정하기 위한 방법은 매우 다양하게 제시되고 있으며, 현재에도 더욱 신뢰성 높은 교정 방법을 얻기 위한 노력들이 이루어지고 있다. 각 방법은 모두 장단점을 가지고 있으므로, 정확한 힘 교정을 위해서는 탐침 및 cantilever의 기하학적 형상, 끝단 반경, 실험 환경 및 조건들을 고려하여 가장 효과적인 방법을 선정한 후 수행하는 것이 요구되며, 기존의 방법들을 적절하게 조합하고, 비교함으로써 보다 정확한 정량적 실험결과를 얻을 수 있을 것이다.

후 기

이 논문은 2011년 울산대학교 연구비에 의하여 연구되었음

참고문헌

- Binnig, G., Quate, C. F., and Gerber, Ch., "Atomic Force Microscope," *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 56, pp. 930-933, 1986.
- Mamin, H. J. and Rugar, D., "Thermomechanical Writing with an Atomic Force Microscope Tip," *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 61, pp. 1003-1005, 1992.
- Sung, I.H., Yang, J.-C., Kim, D.E., and Shin, B.-S., "Micro/Nano-tribological Characteristics of Self-Assembled Monolayer and Its Application in Nano-Structure Fabrication," *Wear*, Vol. 255, pp. 808-818, 2003.
- Erlandsson, R., McClelland, G.M., Mate, C.M., and Chiang, S., "Atomic Force Microscopy Using Optical Interferometry," *J. Vac. Sci. Technol. A*, Vol. 6, pp. 266-270, 1988.
- Lee, C., Wei, X., Kysar, J.W., and Hone, J., "Measurement of the Elastic Properties and Intrinsic Strength of Monolayer Graphene," *Science*, Vol. 321, pp. 385-388, 2008.
- Chung, K.-H., Lee, J.-W., and Kim, D.-E., "Nanomechanical and Tribological Characteristics of Ultra-Thin Amorphous Carbon Film Investigated by AFM," *J. Mech. Sci. Technol.*, Vol. 18, pp. 1772-1781, 2004.
- Thundat, T., Allison, D. P., and Warmack, R. J., "Stretched DNA Structures Observed with Atomic Force Microscopy," *Nucleic Acids Res.*, Vol. 22, pp. 4224-4228, 1994.
- Mahaffy, R. E., Shih, C. K., and MacKintosh, F. C., and Käs, J., "Scanning Probe-Based Frequency-Dependent Microrheology of Polymer Gels and Biological Cells," *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 85, pp. 880-883, 2000.
- Chung, K.-H., Bhadriraju, K., Spurlin, T.A., Cook, R., and Plant, A.L., "Nanomechanical Properties of Thin Films of Type I Collagen Fibrils," *Langmuir*, Vol. 26, pp. 3629-3636, 2010.
- Guthold, M., Liu, W., Stephens, B., Lord, S.T., Hantgan, R.R., Erie, D.A., Taylor Jr. R. M., and Superfine, R., "Visualization and Mechanical Manipulations of Individual Fibrin Fibers Suggest that Fiber Cross Section Has Fractal Dimension 1.3," *Biophys. J.*, Vol. 87, pp. 4226-4236, 2004.
- Cleveland, J.P., Manne, S., Bocek, D., and Hansma, P.K., "A Nondestructive Method for Determining the Stiffness of Cantilevers for Scanning Force Microscopy," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 64, pp. 403-405 1995.
- Cain, R.G., Biggs, S., and Page, N.W., "Force Calibration in Lateral Force Microscopy," *J. Colloid Interface Sci.*, Vol. 227, pp. 55-65, 2001.
- Pratt, J.R., Smith, D.T., Newell, D.B., Kramar, J.A., and Whittenton, E., "Progress toward Système International d'Unités traceable force metrology for nanomechanics," *J. Mater. Res.*, Vol. 19, pp. 366-379, 2004.
- Ogletree, D. F., Carpick, R. W., and Salmeron, M., "Calibration of Frictional Forces in Atomic Force Microscopy," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 67, pp. 3298-3306, 1996.
- Higgins, M.J., Proksch, R., Sader, J.E., Polcik, M., Endoo, S. Mc, Cleveland, J. P., and Jarvis, S.P., "Noninvasive Determination of Optical Lever Sensitivity in Atomic Force Microscopy," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 77, pp. 013701, 2006.
- Wagner, K., Cheng, P., and Vezenov, D., "Noncontact Method for Calibration of Lateral Forces in Scanning Force Microscopy," *Langmuir*, Vol. 27, pp. 4635-4644, 2011.
- Chung, K.-H., Shaw, G.A., and Pratt, J.R., "Accurate Noncontact Calibration of Colloidal Probe Sensitivities in Atomic Force Microscopy Using Electrostatics," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 80, pp. 065107, 2009.

18. Cannara, R.J., Eglin, M., and Carpick, R.W., "Lateral Force Calibration in Atomic Force Microscopy: A New Lateral Force Calibration Method and General Guidelines for Optimization," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 77, pp. 053701, 2006.
19. Craig, V.S.J. and Neto, C., "In Situ Calibration of Colloid Probe Cantilevers in Force Microscopy: Hydrodynamic Drag on a Sphere Approaching a Wall," *Langmuir*, Vol. 17, pp. 6018-6022, 2001.
20. Sader, J.E., "Parallel Beam Approximation for Vshaped Atomic Force Microscope Cantilevers," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 66, pp. 4583-4587, 1995.
21. Hutter, J.L. and Bechhoefer, J., "Calibration of Atomic Force Microscope Tips," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 6, pp. 1868-1873, 1993.
22. Butt, H.-J. and Jaschke, M., "Calculation of Thermal Noise in Atomic Force Microscopy," *Nanotechnol.*, Vol. 6, pp. 1-7, 1995.
23. Proksch, R., Schäffer, T.E., Cleveland, J.P., Callahan, R.C., and Viani, M.B., "Finite Optical Spot Size and Position Corrections in Thermal Spring Constant Calibration," *Nanotechnol.*, Vol. 15, pp. 1344-1350, 2004.
24. Heim, L.-O., Kappl, M., and Butt, H.-J., "Tilt of Atomic Force Microscope Cantilevers: Effect on Spring Constant and Adhesion Measurements," *Langmuir*, Vol. 20, pp. 2760-2764, 2004.
25. Sader, J.E., Chon, J.W.M., and Mulvaney, P., "Calibration of Rectangular Atomic Force Microscope Cantilevers," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 70, pp. 3967-3969, 1999.
26. Chung, K.-H., Lee, Y.-H., and Kim, D.-E., "Characteristics of Fracture during the Approach Process and Wear Mechanism of a Silicon AFM Tip," *Ultramicroscopy*, Vol. 102, pp. 161-171, 2005.
27. Torii, A., Sasaki, M., Hane, K., and Okuma, S., "A Method for Determining the Spring Constant of Cantilevers for Atomic Force Microscopy," *Meas. Sci. Technol.*, Vol. 7, pp. 179-184, 1996.
28. Gates, R.S. and Reitsma, M.G., "Precise Atomic Force Microscope Cantilever Spring Constant Calibration using a Reference Cantilever Array," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 78, pp. 086101, 2007.
29. Sader, J.E. and Green, C.P., "In-plane Deformation of Cantilever Plates with Applications to Lateral Force Microscopy," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 75, pp. 878-883, 2004.
30. Green, C.P., Lioe, H., Cleveland, J.P., Proksch, R., Mulvaney, P., and Sader, J.E., "Normal and Torsional Spring Constants of Atomic Force Microscope Cantilevers," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 75, pp. 1988-1996, 2004.
31. Feiler, A., Attard, P., and Larson, I., "Calibration of the Torsional Spring Constants and the Lateral Photodiode Response of Frictional Force Microscopes," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 71, pp. 2746-2750, 2000.
32. Chung K.-H. and Reitsma, M.G., "Lateral Force Microscope Calibration using Multiple Location Pivot Loading of Rectangular Cantilevers," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 81, pp. 026104, 2010.
33. Xie, H., Vitard, J., Haliyo, S., Régnier, S., and Boukallel, M., "Calibration of Lateral Force Measurements in Atomic Force Microscopy with a Piezoresistive Force Sensor," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 79, pp. 033708, 2008.
34. Li, Q., Kim, K.-S., and Rydberg, A., "Lateral Force Calibration of an Atomic Force Microscope with a Diamagnetic Levitation Spring System," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 77, pp. 065105, 2006.
35. Wang, F. and Zha, X., "Effect of Contact Stiffness on Wedge Calibration of Lateral Force in Atomic Force Microscopy," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 78, pp. 043701, 2007.
36. Varenberg, M., Etsion, I., and Halperin, G., "An Improved Wedge Calibration Method for Lateral Force in Atomic Force Microscopy," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 74, pp. 3362-3367, 2003.
37. Reitsma, M.G., Gates, R.S., Friedman, L.H., and Cook, R.F., "Prototype Cantilevers for Quantitative Lateral Force Microscopy," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 82, pp. 093706, 2011.
38. Chung, K.-H., Pratt, J.R., and Reitsma, M. G., "Lateral Force Calibration: Accurate Procedures for Colloidal Probe Friction Measurements in Atomic Force Microscopy," *Langmuir*, Vol. 26, pp. 1368-1394, 2010.