

## 정밀저울을 이용한 원자힘 현미경 캔티레버의 특성평가

김민석\*(한국표준과학연구원), 최인묵, 박연규, 최재혁, 김종호(한국표준과학연구원)

### Atomic Force Microscope Probe Calibration by use of a Commercial Precision Balance

M. S. Kim, I. M. Choi, Y. K. Park, J.H. Choi, and J.H. Kim (Division of Physical Metrology, KRISS)

#### ABSTRACT

In this paper, we investigate the characteristics of a piezoresistive AFM cantilever in the range of 0 ~ 30  $\mu\text{N}$  by using nano force calibrator (NFC), which consists of a high precision balance with resolution of 1 nN and 1-D fine positioning stage. Brief modeling of the cantilever is presented and then, the calibration results are shown. Tests revealed a linear relationship between the probing force and sensor output (resistance change), and the force vs. deflection. From this relationship, the force constant of the cantilever was calculated to 3.45 N/m with a standard deviation of 0.01 N/m. It shows that there is a big difference between measured and nominal spring constant of 1 N/m provided by the manufacturer's specifications.

**Key Words :** 원자힘현미경(atomic force microscopy), 캔티레버(cantilever), 스프링 상수(spring constant), 압저항(piezoresistor), 마이크로 힘센서(micro force sensor)

#### 1. 서론

1980년대 후반에 개발된 원자힘 현미경(atomic force microscopy, 이하 AFM)은 마이크로/나노 스케일의 표면 및 형상을 관찰하는 데에 널리 쓰이고 있다. 하지만 최근에 들어, 관찰뿐만 아니라 AFM은 원자나 분자를 조작하며 나노 크기의 물체를 가공하는 "미세 로봇"으로 많이 사용되고 있으며 바이오 분야 또한 세포나 DNA의 관찰뿐만 아니라 생체 분자력 측정 및 생체조직의 기계적인 특성 실험에 AFM을 사용하고 있다.

단순히 물체 표면의 형상을 보고자 할 때는 캔티레버와 표면에 작용하는 원자힘을 정확히 정량적으로 알 필요는 없다. 그러나 위의 응용 예에서처럼 물체를 조작하거나 기계적 특성을 정확히 알아 내기 위해선 나노 뉴턴 레벨의 크기에서 믿을 수 있고 정량적인 힘 측정이 필요하다.

AFM에서의 힘 측정은 제조사로부터 명기된 캔티레버의 스프링 상수와 캔티레버 끝단의 변위를 측정하여 곱함으로써 행해져 왔다. 하지만 불행히도 제조사에서 제공된 스프링 상수 값은 같은 제품의 같은 모델이라도 큰 차이를 보인다. 그 이유는

제조사에서 일일이 모든 캔티레버의 스프링 상수를 측정하지 않으며 반도체 공정상의 설계 치수를 이용한 이론 계산식을 이용하여 스프링 상수 값을 주기 때문이다. 캔티레버의 스프링 상수를 실험적으로 구하는 여러 가지 방법<sup>1-10</sup>이 제안되었으나 본 연구에서는 0.1  $\mu\text{g}$ 의 분해능을 가진 마이크로 발란스와 나노 스테이지를 이용하여 정량적으로 AFM 캔티레버의 특성을 평가하고자 한다. 특히 AFM 캔티레버 중에도 자체적으로 끝단의 변위에 비례하는 전기신호를 출력할 수 있는 압저항 캔티레버의 특성을 평가하여 캔티레버의 스프링 상수뿐만 아니라 힘-전기출력의 특성을 평가함으로써 마이크로 힘센서로서의 응용 가능성도 검토한다.

#### 2. 캔티레버 평가장치

##### 2.1 평가개념

그림 1은 캔티레버 평가장치의 개념도이다. 힘을 측정하기 위해 상용 마이크로 저울을 사용하였으며 분해능은 0.1  $\mu\text{g}$ 으로 약 1 nN의 분해능에 해당한다. 나노 뉴턴의 분해능으로 힘을 측정할 수 있으므로 우리는 이 평가장치를 나노힘 교정

기? Nano Force Calibrator, 이하 NFC라고 부르겠다. 캔틸레버는 1 nm의 분해능으로 중력방향으로 움직일 수 있도록 나노 스테이지에 부착되었으며 캔틸레버의 위치를 저울의 하중버튼에 위치시키기 위하여 3축 스테이지를 이용하였다.

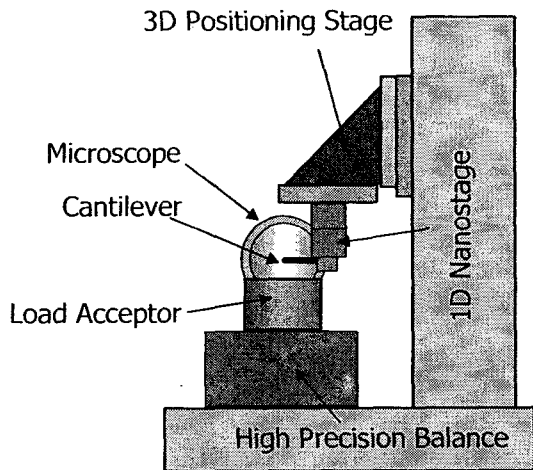


Fig. 1 A diagram of the AFM cantilever calibration system, we call it Nano Force Calibrator (NFC)?

교정 방법은 다음과 같다. 3축 스테이지를 이용하여 그림 2(a)와 같이 캔틸레버를 저울의 하중버튼(load acceptor)에 접근시킨다. 그 후에 나노 스테이지를 구동하여 중력방향으로 캔틸레버를 아래로 내리면 하중버튼에 힘이 가해지면서 그림 2(b)처럼 캔틸레버가 휘게 된다. 이때의 힘과 나노 스테이지에서 얻은 변위관계를 이용하면 캔틸레버의 스프링 상수를 구할 수 있다.

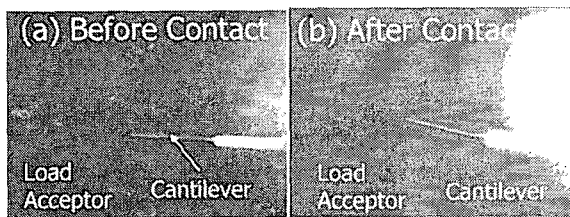


Fig. 2 Photographs showing the cantilever (a) approaching the load button, and (b) deflected by the load button.

힘 측정의 정확도는 저울에 의해 좌우된다. 현재 국제표준단위(SI)로 소급 받을 수 있는 영역은 교정 가능한 가장 최소의 질량에 의해 결정되는데 이 값이 1 mg 이므로 약 10  $\mu$ N에 해당한다. 이 이하의 힘에 대해선 저울의 선형성을 믿고 사용할 수 밖에 없으며 소급성 확보를 위해 정전기력을 이

용한 힘표준기를 제작 중에 있다”.

## 2.2 저울의 온도에 따른 변화측정

온도는 시스템의 측정 불확도 및 반복능에 영향을 끼치는 가장 큰 환경요인 중에 하나이다. 따라서 온도의 특성을 살펴볼 필요가 있다. 그림 2는 온도변화에 따른 저울의 출력변화를 14시간 동안 기록한 것이다.

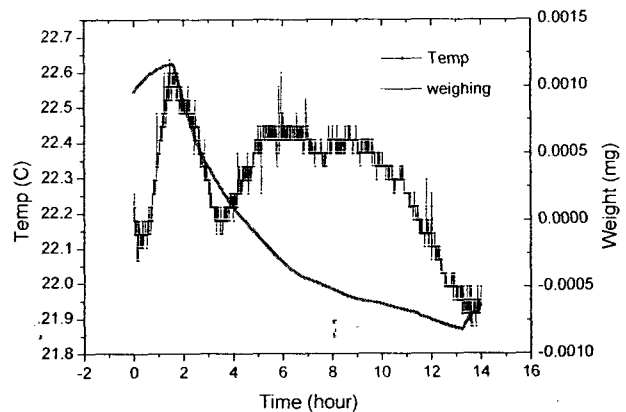


Fig. 2 Balance output variation as the temperature changes during 14 hours.

처음 3시간 가량은 온도 변화 곡선을 따라가는 듯 보였으나 4시간 이후부터는 온도 변화와는 다른 특성을 보였다. 정밀저울에는 자체의 온도센서가 있으므로 변화를 감지하여 출력을 보상해 주었기 때문에 다른 곡선을 그릴 것으로 보인다. 하지만 보상을 하더라도 온도변화에 따른 출력의 영향은 존재함을 알 수 있다(저울 출력의 최대점과 최소점이 온도가 최대, 최소일 때 도달했음을 유의).

14시간 동안 전체 변동량은 0.002 mg 이내로 약 20 nN에 해당된다. 보통 교정 한 주기가 20-30여분 정도이므로 온도가 일정한 시간에 측정을 수행한다면 온도에 의한 저울의 오차는 무시할 정도로 작아진다고 볼 수 있다.

## 3. 압저항 캔틸레버의 특성평가

### 3.1 압저항 캔틸레버

압저항 캔틸레버는 그림 4에 나타나듯이 일반 광 레버 방식에 사용되는 캔틸레버와 비슷하지만 시작단에 봉소를 주입하여 저항을 만듦으로써 스트래스에 따라 저항 값이 변하는 압저항 효과에 의해 캔틸레버 끝단의 변위량 또는 작용하는 힘에 비례하는 전기적인 신호를 출력할 수 있다는 점이 다르다. 즉, 변위나 힘 검출을 위해 복잡한 광 레버 시스템을 구성할 필요가 없고 교정을 통해 힘-저항변화 곡선을 구해놓으면 나노 힘센서로 사용 가능하

다. 실험을 위해 구매한 캔티레버는 Veeco 사의 Piezolever™ 로 캔티레버의 길이는 약 300  $\mu\text{m}$ , 폭은 50  $\mu\text{m}$  이며 제조사에서 제공한 명목 스프링 상수 값은 1 N/m 이었다.

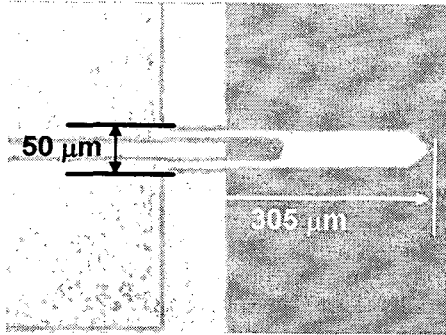


Fig. 4 Photographs showing the piezoresistive cantilever purchased for use in our experiments

압저항은 캔티레버 변형 시에 가장 많은 응력을 받는 시작단에 도포되어 있으며 캔티레버간의 평균 저항을 일정하게 유지하기 위하여 고정저항이 압저항과 병렬로 연결되어 있다. 고정저항까지 포함한 총 등가저항은 약 2 k $\Omega$ 이다.

### 3.2 캔티레버 특성실험

압저항 캔티레버의 특성을 알아보기 위해 NFC 를 이용하여 2.1 절에서 기술한 방법으로 힘-변위 관계를 얻고 이와 동시에 저항 값의 변화를 읽음으로써 저항-변위, 그리고 힘-저항값 관계를 얻을 수 있다. 또한 힘-저항값의 관계를 통해 힘 감도값 (force sensitivity)를 알아낼 수 있다.

#### 3.2.1 온도변화에 따른 저항값 변화

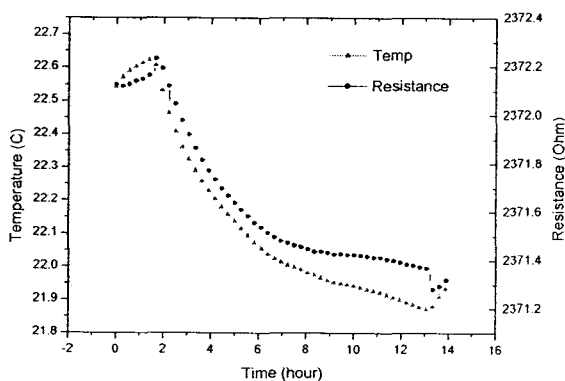


Fig. 5 A graph showing the resistance changes in proportion to the temperature changes. Note that two curves are similar.

저항값의 변화는 브릿지 회로를 이용하여 측정할 수도 있으나 압저항 캔티레버에 삽입된 저항이 하나이므로 단일 브릿지를 구성할 수 밖에 없어 온도 보상의 이점이 없으므로 고성능 10 digit 멀티미터를 이용하였다. 온도에 따른 저항 출력의 변화는 압저항 캔티레버를 힘 센서로 사용시 오차의 요인이므로 알아낼 필요가 있다. 그림 5 는 저항출력과 온도와의 관계를 측정한 그래프로 온도곡선의 형상과 저항곡선의 형상은 비슷하며 온도에 비례하여 저항값이 변함을 알 수 있다. 그래프를 통하여 온도계수를 구한 결과 1.41  $\Omega/^{\circ}\text{C}$  이었다.

#### 3.2.2 캔티레버의 교정

캔티레버를 접촉 포인트까지 위치시키기 위하여 3 축 스테이지를 이용하여 광학 현미경으로 접촉 포인트와 캔티레버를 관찰하면서 최대한 가깝게 위치시켰다. 그 다음 정전용량 변위센서가 장착된 나노 스테이지를 이용하여 일정한 간격으로 변위를 증가시켜가며 저울의 측정값과 저항값을 동시에 읽어 기록하였다. 그림 6 은 변위에 따른 힘과 저항 변화를 나타낸 것이다.

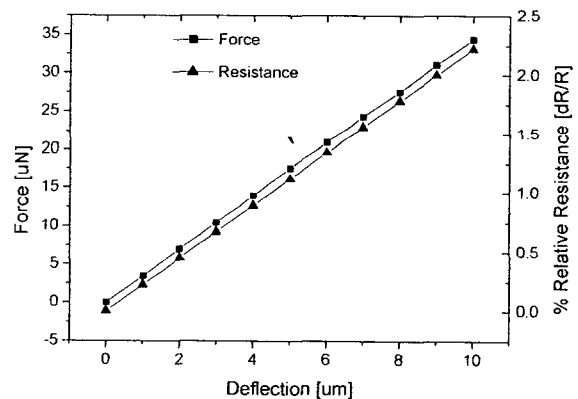


Fig. 6 Force/Deflection and Resistance/Deflection relationships of the piezoresistive cantilever.

측정 순서는 다음과 같다. 캔티레버를 움직인 후, 저울이 안정화될 때까지 30 초 기다린다. 그 다음 40 초 동안 1 초 간격으로 저울의 값을 읽어 평균하여 출력한다. 이 동안 저항값은 360 회 읽어 평균하여 출력한다. 선형적인 특성을 얻기 위해 최대 변형량은 캔티레버의 길이 300  $\mu\text{m}$  의 약 1/30 인 10  $\mu\text{m}$  로 하였다. 위의 그림으로부터 힘-변위, 힘-저항 변화 그래프는 선형적임을 알 수 있고 이로부터 구한 스프링 상수 값은 선형회귀를 통해 3.44 N/m 임을 알 수 있었다. 5 번 반복측정을 한 결과 평균은 3.45 N/m 이었고 표준편차는 0.01 N/m (0.3%) 이하였다.

그림 7 은 힘-저항 그래프이며 마찬가지로 선형적인 관계를 보여주고 있다. 선형회귀를 통해 기울기를 구해보면  $0.654 \mu\text{N}/\Omega$  이었다. 5 번 반복측정 결과 평균은  $0.655 \mu\text{N}/\Omega$  이며 표준편차는  $0.002 \mu\text{N}/\Omega$  (0.3 %)이었다. 위의 결과를 통해 측정 반복도는 매우 우수하다고 볼 수 있다. 하지만 이는 똑같은 캔틸레버를 다시 설치하지 않고 나노 스테이지를 위아래로 스캔하면서 얻은 값으로 좀 더 추가 실험이 필요하다. 하지만 평균 스프링 상수  $3.45 \text{ N/m}$  는 제조사가 제공한  $1 \text{ N/m}$  과는 큰 차이가 있으며 캔틸레버를 이용하여 힘을 측정하고자 한다면 스프링 상수는 반드시 교정 받아야 함을 알 수 있다.

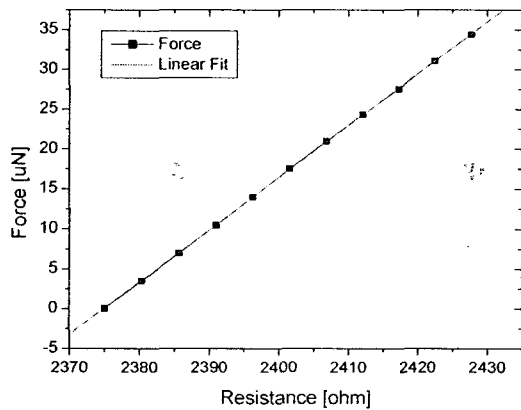


Fig. 7 Force/Resistance characteristics of the AFM cantilever.

#### 4. 결론

고정밀 저울과 나노 스테이지를 이용하여 나노 힘 교정기(NFC)를 제작하고 압저항 AFM 캔틸레버의 특성을 측정하였다.  $1 \text{ N/m}$  로 명기된 상용 AFM 캔틸레버의 스프링 상수는  $3.45 \text{ N/m}$  로 측정되어 명목값과 큰 차이를 보였다. 또한 힘/저항의 관계를 구하여  $0.655 \mu\text{N}/\Omega$ 의 힘 감도값을 얻었다. 감도값의 반복능은 우수하였으나 캔틸레버의 재 설치나 장기간에 걸친 변화 등, 추가실험을 통해 반복능을 다시 검증할 필요가 있다. NFC 를 이용한 캔틸레버의 교정방법은 빠르고 간편하며 캔틸레버에 손상을 주지 않으므로 유용한 방법이 될 것이며 향후 AFM 캔틸레버의 교정 서비스에 투입될 것이다.

#### 참고문헌

1. Cleveland J. P., Manne S., Bocek D. and Hansma P. K., *Nondestructive method for determining spring constant of cantilevers for scanning force microscopy.* Rev. Sci. Instrum., Vol. 64, pp. 403-405,

- 1993.
2. Walters D. A., Cleveland J. P., Thomson N. H., Hansma P. K., Wendman M. A., Gurley G., and Elings V., *Bamhart cantilevers for atomic force microscopy.* Rev. Sci. Instrum., Vol. 67, pp. 3583-3590, 1996.
3. Sader J. E., Larson I., Mulvaney P., and White L. R., *Method for the calibration of atomic force microscope cantilevers.* Rev. Sci. Instrum., Vol. 66, pp. 3789-3798, 1995.
4. Sader J. E., Chon J. W. M., and Paul M., *Calibration of rectangular atomic force microscope cantilevers.* Rev. Sci. Instrum., Vol. 70, pp. 3967-3969, 1999.
5. Maeda N., and Senden T. J., *Method for the calibration of force microscopy cantilevers via hydrodynamic drag.* Langmuir, Vol. 16, pp. 9282-9286, 2000.
6. Tortonese M., and Kirk M., *Characterization of application specific probes for SPMs.* Proceedings of SPIE, Vol. 3009, San Jose/California, pp. 53-60, 1997.
7. Scholl D, Everson M P, and Jaklevic R C, *In situ force calibration of high force constant atomic force microscope cantilevers.* Rev. Sci. Instrum, Vol. 65, pp. 2255-2257, 1994.
8. Torii A., Sasaki M., Hane K., and Okuma S., *Method for determining the spring constant of cantilevers for atomic force microscopy.* Meas. Sci. Technol., Vol. 7, pp. 179-184, 1996.
9. Cumpson P. J., Clifford C. A., and Hedley J., *Quantitative analytical atomic force microscopy: a cantilever reference device for easy and accurate AFM spring-constant calibration.* Meas. Sci. Technol., Vol. 15, pp. 1337-1346, 2004.
10. Smith S. T., and Howard L. P., *Precision, low-force balance and its application to atomic force microscope probe calibration.* Rev. Sci. Instrum, Vol. 65, pp. 903-909, 1994.
11. 김민석, 최인복, 박연규, 강대임, "정전기력을 이용한 나노 힘 표준기, 한국 정밀공학회 춘계학술대회 논문집, pp. 571-574, 2004.