

◆특집◆ 미세 힘 측정 및 응용

AFM에서의 미세 힘 측정의 원리 및 응용

구자용*, 김달현**

Measurement of Weak Forces in Atomic Force Microscopy

Ja-Yong Koo*, Dal-Hyun Kim**

Key Words : Atomic Force Microscope (원자간힘현미경), Tip (탐침), Measurement (측정), Carbon Nanotube (탄소나노튜브), Atomic Resolution (원자분해능), Cantilever (외팔보)

1. 서론

20 세기 후반에 급격히 발달하여 전세계적으로 산업계를 혁신시켜 온 반도체 산업의 발달로 마이크로기술은 그 유용성을 증명하였고 그 영향선상에서 나노기술의 필요성이 반도체 산업 뿐만 아니라 기계공학이나 재료과학 등의 분야에서도 1980년대에 들어오면서 구체적으로 거론되어 왔다.

이미 그 전부터도 단순한 1 차원 상에서의 정밀측정은 가시광 영역의 간접개나 X-선 간접계 등으로 산업계에서 요구하는 이상의 nm나 pm 수준 까지도 정밀도 달성이 충분히 가능하였지만 2 차원 이상에서 실제 응용 가능하도록 활용하는 것은 많은 제약이 있었다. 가령 아주 작은 구조를 보는 것은 광학현미경을 거치 SEM, TEM과 같은 전자현미경으로 쉬워졌고 전자현미경 기술의 발달로 거의 nm 수준의 분해능까지 달성가능한 것으로 기대되었지만 그럼에도 불구하고 아무리 좋은 전자현미경이나 다른 특별한 기술이 동원되어도 표면에 배열된 개별 원자들의 배열을 실공간(real space)에서 볼 수 있는 정도의 0.1 nm 수준의 분해능은 영원히 그리고 이론적으로도 달성할 수 없을 것이라고 모든 사람이 당연하고도 막연히 믿어왔

다.

1983년에 스위스의 Zurich IBM 연구소에서 발표한 논문에서는 그 전 오랫동안 표면과학의 수수께끼로 남아온 Si(111)-7x7의 원자구조를 실공간에서 관찰하였다고 발표했다.⁽¹⁾ 이때 Si(111) 표면에서 아웃하는 Si 원자들 사이는 0.8 nm가 채 안되는 거리였으므로 많은 사람들은 사이에 과연 그것이 가능할까 하는 논란을 불러 일으켰으며 더욱이 다른 그룹들에서 그 후 한동안 재현실험을 했으나 아무도 재현을 하지 못했으므로 더욱 의심도 깊어졌다. 1985년 무렵부터 몇몇 다른 그룹들에서 별도의 원자 분해능을 발표하고 그 성능과 원리를 입증하여 0.1 nm 수준의 수평 원자분해능을 가지는 현미경인 주사형터널링현미경 (Scanning Tunneling Microscope, 이하 STM)을 처음 개발한 그룹은 1986년에 노벨 물리학상을 수상하였다.⁽²⁾

그러나 STM은 측정을 위해 시료와 탐침 사이의 터널링 전류를 이용했기에 전기가 통하는 도체나 반도체의 시료에만 적용되는 한계를 가졌는데 그 후 이 장치의 발명자인 Binnig은 부도체에도 가능하도록 시료와 탐침의 사이에 작용하는 미약한 힘을 이용하는 별도의 현미경을 개발하여 원자간힘현미경 (Atomic Force Microscope, 이하 AFM)

* 한국표준과학연구원 Tel : 042-868-5334, e-mail : kooyeon@kriis.re.kr
과학기술부·창의적 연구진흥사업·이종성장재여연구단
** 한국표준과학연구원

이라고 이를 지었으며⁽³⁾ 현재까지 십수년간 많은 사람들의 노력으로 이제는 대단한 성능과 그림에도 불구하고 아주 좋은 안정성을 보이는 AFM 들이 과학과 기술의 다양한 면에 보급되어 현재와 미래의 과학발전에 큰 공헌을 하고 있다.

여기서는 AFM 의 원리와 이를 위해 필수적인 미세 힘 측정에 대해 알아보기로 한다.

2. AFM 의 작동 원리

STM 과 AFM 의 측정원리는 기본적으로 같으며 실제로 장치를 구성할 때에도 STM 과 AFM 의 제어회로를 만들기 위해 사용하는 인쇄회로 기판은 같은 것을 사용하여 약간만 수정해서 사용해도 될 정도이다.

AFM 의 가장 기본 목적은 시료의 표면 형상을 정밀하게 측정하는 것이다.

표면 형상을 측정하는 쉬운 예는 LP 음반의 흙에 파인 요철을 다이아몬드 바늘로 읽어서 음성 신호로 바꾸어 주는 음향기기를 들 수 있다. 또 정밀 부품의 표면 거칠기를 측정하는 profilometer 란 장치도 이에 해당하는데 이들의 경우는 탐침이 직접 시료에 닿아서 시료의 굴곡을 그대로 따라가면서 높이 정보를 읽으면 이 때 탐침과 시료는 직접 마찰을 하여 탐침이 시료에 상당한 힘을 가하기 때문에 약한 재료인 경우 시료가 차츰 마모되거나 그보다 더 약한 시료의 경우 굴곡을 측정하기가 불가능하기도 하다.

그러나 AFM 의 경우는 측정 시 극히 작은 힘을 필요로 하거나 경우에 따라서는 시료와 탐침 사이에 작용하는 van der Waals 힘의 인력을 이용할 수 있으므로 살아있는 생체의 세포 등 매우 연약한 물체도 큰 왜곡 없이 측정이 가능하다.

Fig. 1 에 AFM 의 전체 구성을 나타내었다. 여기서 시료는 고정되어 있고 탐침은 PZT 구동자에 의해 3 차원의 이동을 하는 시스템을 고려한다.

처음 측정을 위해서 탐침과 시료의 거리가 수 nm 이내의 가까운 거리가 될 때까지 탐침을 시료에 접근시킨다.

일반적으로 정전기력을 가지지 않은 경우 Fig. 2 와 같이 먼 거리에서는 두 물체 사이에 van der Waals 힘의 영향으로 인력이 작용하며 두 물체가 점점 가까이 접근하면 최대의 인력점(Z_1)을 지나고 더 가까이 가면 전혀 힘이 작용하지 않는 영점

(Z_2)을 거쳐서 더욱 가까운 지점에서는 강한 반발력이 작용하기 시작한다.

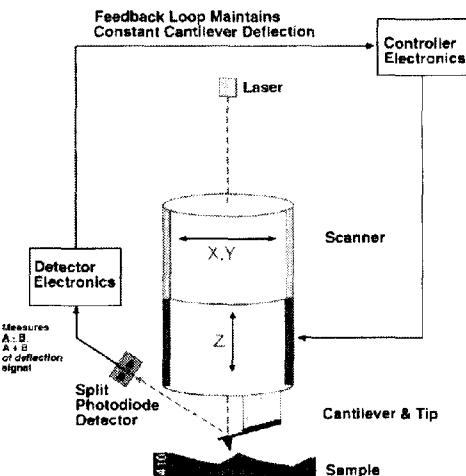


Fig. 1 Block diagram of AFM. The tip is moved by PZT actuator through feedback circuit.

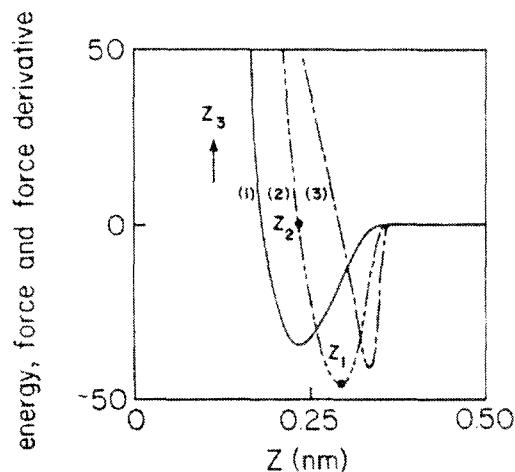


Fig. 2 The potential energy, force and force derivative between the tip and the sample. (Stillinger et al. 1985)

편의상 이 때 시료와 탐침 사이에 작용하는 힘이 서로간에 전혀 힘을 미치지 않는 영점(Z_2)에서 힘의 균형이 이루어져 있다고 가정한다. 이 때 시료 또는 탐침을 수평방향으로 약간 움직여서 표

면의 굴곡에 의해 탐침과 시료의 상대적인 위치가 변하면 그 사이에 작용하는 힘의 변화에 의해 탐침은 처음의 평형에서 벗어나 아래로 치거나 위로 밀려 올라간다. 그러면 탐침의 윗면에서 반사되는 레이저 빔은 이전과는 다른 각도로 반사되고 두 개로 나누어진 광센서에서는 레이저 빔의 반사각도의 변화를 감지하고 그 차이는 전기신호로 발생되며 곧 바로 피드백 회로 (feedback circuit)로 입력된다. 피드백 회로에서는 이 차이 신호를 받아서 탐침의 변이가 그 전과 같이 0이 될 때까지 탐침을 움직이며 이 시점에서 다시 탐침과 시료는 처음의 시작점에서와 같은 힘의 균형을 이룬다.

시료의 표면 형상을 측정하기 위해서는 탐침을 움직여서 탐침이 시료의 원하는 영역을 2 차원 순차주사 (2 dimensional raster scan)를 하도록 하며 동시에 시료와 탐침은 항상 처음과 같은 힘의 균형을 유지하도록 피드백 회로에 의해 탐침은 자동적으로 상하움직임을 계속한다. 결국 시료의 표면 형상에 따라 자동적으로 탐침이 움직였으므로 탐침을 상하고 움직인 정보는 그대로 시료의 표면 형상의 정보가 된다.

시료 또는 탐침을 움직이는 데는 압전재료로 된 3 차원 소자가 사용되어 전압에 의해 시료의 미세한 3 차원 움직임을 제어할 수 있으며 복직에 따라 수 nm/V 정도의 전압에 대한 반응감도를 가지고 쉽게 제작할 수 있다. 이 압전 재료는 초음파 센서에 많이 사용되며 일상적으로 흔히 볼 수 있는 초음파 가습기나 초음파 세척기에도 사용된다.

탐침이 시료의 위를 수평방향으로 2 차원 순차주사를 하는 동안 피드백 회로에 의해 탐침을 상하로 움직이는 전압신호는 A/D 변환기를 거쳐 그대로 컴퓨터로 읽혀지며 곧 바로 시료의 표면 형상은 3 차원 수치 정보로 나타난다.

보통의 경우 AFM의 첫번째 목적은 바로 조사하는 시료의 표면 형상의 정보이므로 가장 중요한 정보는 탐침과 가장 가까운 부분의 시료의 높이 정보이다. 따라서 실제 AFM을 사용하여 시료표면의 미세한 형상이나 구조에 대한 정보만을 필요로 할 경우에는 작용하는 힘을 직접 측정할 필요는 없다.

탐침에 가까운 부분의 시료의 높이를 알아내는 방법은 두 가지가 있을 수 있다. 하나는 피드백 회로가 자동하지 않는 상태에서 탐침의 변이를

측정하고 탐침의 탄성특성과 간단한 환산식을 통해 시료의 높이 정보를 계산으로 유추하는 것이고, 다른 하나는 피드백 회로에 의해 탐침의 변이가 0이 될 때까지 시료와 탐침의 거리를 보정해주고 그에 필요한 PZT actuator의 움직임을 통하여 시료 표면의 높이 정보를 바로 알아내는 것이다. AFM에서는 시료표면의 거칠기를 알아내는데 주로 뒤의 방법을 사용한다. 이렇게 할 경우 비교적 거친 표면에서도 정보의 왜곡없이 표면 형상을 정밀하게 측정할 수 있으며 다른 여러 가지 장점도 가질 수 있다. 그러나 목적에 따라서는 앞의 방법을 사용하기도 한다.

3. 미세 변이 측정

원자 수준의 수평 분해능을 가지는 현미경인 STM에서 가장 큰 역할을 하는 것은 탐침에 의한 미세 변이의 측정이다. 시료와 탐침의 사이에 흐르는 터널링 전류에 의해 pm 수준의 변이를 민감하게 측정할 수 있으며 이 능력이 원자수준의 수평분해능을 가능하게 하는 핵심이다.

AFM에서도 마찬가지로 가장 중요한 기능은 탐침의 변이를 민감하게 측정하는 것이다. 따라서 초기의 AFM에서는 탐침의 높이 변화를 검출하기 위해 AFM 탐침의 바로 위에 금속박막을 입히고 그 위에 멀도의 금속 탐침을 위치시키서 이 둘 사이에 흐르는 터널링 전류의 변화를 이용하여 AFM 탐침의 변이를 측정하기도 하였다.

그러나 이 방법은 실제 상황에서 여러 가지로 불편을 야기시켰다. 우선 AFM 탐침의 위에서 검출하는 터널링 전류는 금속 전극 사이의 산화 등에 민감하게 영향을 받으며 또 터널링 전류가 흐르기 위해서는 두 금속전극 사이의 거리가 1 nm 수준 이하까지 간격을 유지해야 하는 등의 많은 불편을 야기시켰다. 따라서 레이저를 이용하는 좀 더 편리한 방법이 도입되었는데 이것은 매우 편리하면서도 감도 자체는 매우 높다.

AFM에서 탐침의 높이변화를 검출하는데에 Fig. 1에 나타낸 것과 같이 두 개로 분리된 광검출기를 사용하며 탐침의 흔들림에 의해 광검출기의 두 부분에 들어가는 레이저빔의 변화를 비교하여 탐침의 변이 정도를 알 수 있다.

이 방법에 의하여 AFM으로 시료의 표면 형상만을 측정할 때는 외팔보의 형태를 가진 탐침의

탄성계수를 알 필요도 없으며 탐침의 변이 영역은 균형점에서 거의 벗어나지 않는 극히 작은 영역에 국한된다. 그보다 약간만 벗어나도 되먹임 회로에서 재빨리 그 차이를 감지하여 탐침의 변이가 0이 되도록 보정해 준다.

4. 실리콘 공정에 의한 AFM 탐침 제작

초기에는 AFM에 사용된 탐침은 정교한 솜씨에 의해 직접 손으로 제작되었지만 만드는 사람에 따라 편차가 크기도 했고 제작방법이 매우 까다로웠다. 가령 레이저를 이용한 탐침의 변이를 검출하기 위해 탐침은 텅스텐 선을 구부려 식각하여 만들고 그 위에 직접 작은 거울을 접착제로 붙인 것도 있을 정도였다.

그러나 1980년대 후반부터 기존의 실리콘 공정을 응용하여 AFM의 탐침이 제작되기 시작하면서 비약적인 발전이 시작되었다. 1980년대 후반 성숙한 실리콘 공정기술을 이용하여 Stanford 대학의 Quate 교수 그룹 등에서는 실리콘의 이방성 식각이나 정교한 가공기술을 이용하여 균일한 특성을 가지는 대량의 탐침을 만드는 방법을 개발하였다.⁽⁵⁾

AFM의 탐침은 보통 실리콘 공정에 의해 탄성이 좋은 단결정 실리콘으로 만들어지며 수 μm 수준의 크기를 가지는 외팔보의 형태로 만들면 편리하다.

현재의 실리콘 미세공정을 이용하면 여러 개의 탐침을 하나의 웨이퍼에 제작하면서 품질관리를 균일하게 할 수 있고 또 바탕 재료는 기계적으로 매우 우수한 특성을 가지는 단결정 실리콘을 사용하여 기계적 특성을 잘 알 수 있으며 정확한 형상의 재현으로 인해 탄성계수 등도 잘 알 수 있다. 또 외팔보의 형태를 두께와 길이 등을 조정하여 가능하면 공진주파수를 높이고 약한 힘에도 쉽게 반응하도록 두께는 매우 얕게 만들 수 있다.

AFM에서의 분해능을 최종적으로 결정하는 요인은 탐침 끝 부분의 곡률 반경이 된다. 실리콘의 미세가공기술을 이용하여 탐침을 만든 후 별도의 후처리를 통하여 최종적으로는 수십 nm 수준의 곡률반경을 달성한다.

또 경우에 따라서는 탐침의 끝 부분에 전압을 걸어주거나 전류를 흘릴 필요가 있을 경우 탐침의 끝 부분까지 전도성을 가질 수 있도록 일부 불순

물을 첨가한다. 이러한 공정들은 현재 실리콘 가공기술에서 표준공정으로 확립되어 있으므로 쉽게 활용이 가능하다. Fig. 3은 이렇게 만들어진 탐침의 사진을 보여주고 있다. 최근에는 더욱 작게 만들어 공진주파수를 높여서 고속으로 사용이 가능하게 되었으며 최근에 개발되는 AFM은 실시간으로 화상을 보여주기도 한다.

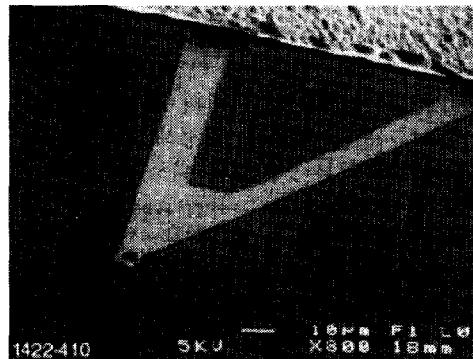


Fig. 3 A typical AFM tip fabricated by current microtechnology (manual of digital instruments co.).

한편 1990년대에 들어오면서 발견되어 최근까지 많은 연구가 되고 있는 탄소 나노튜브는 그 독특한 성질로 많은 연구자들의 관심을 끌고 있는데 경우에 따라서 직경 1 nm 이하까지 가능하고 길이는 수 μm 까지도 가능하므로 AFM의 탐침 끝 부분에 신뢰성 있게 부착할 수 있으면 기존의 AFM의 성능을 한층 끌어올릴 수 있을 것으로 기대된다.

5. 미세 힘의 측정

AFM에서 단순히 표면 거칠기만을 측정하기 위해서는 되먹임에 의한 탐침의 변이를 보상하는 방법을 사용하므로 탐침에 작용하는 힘을 측정할 필요는 없지만 경우에 따라서는 힘을 측정하기를 원하기도 한다. 이 때에는 되먹임 회로에 의한 보상을 해주지 않고 시료의 한 부분에 탐침을 정지시킨 후 탐침의 변이를 측정하여 직접 힘을 구하기도 한다.

현재 대부분의 AFM의 탐침은 실리콘의 미세공정에서 사용되는 석판인쇄기술을 이용하여 제작

되며 그 재료는 단결정 실리콘을 기반으로 한다. 마이크로미터 수준에서 단결정 실리콘은 상당히 큰 변위에 도달하기까지 파로현상이나 소성변형이 전혀 없이 반복사용이 가능하다. 가령 최근의 실리콘 가공기술은 단결정 실리콘 웨이퍼를 2-3 μm 수준 이하의 두께까지 얇게 가공할 수 있는데 이 정도에서는 4 인치 웨이퍼를 휘어서 한 바퀴 둘둘 게 말아 놓아도 파손이 없을 정도로 유연하다. 이것은 지경 수 μm 수준인 SiO_2 로 된 광섬유가 파손이나 파로현상이 없이 자유자재로 휘어질 수 있는 것과 마찬가지이다.

단결정 실리콘은 좋은 기계적 특성을 가지며 반성계수 등의 각종 기계적 특성을 잘 알려져 있다. 변이가 크지 않을 경우 탐침의 변이와 이 때 탐침이 받는 힘은 단순한 비례관계로 나타내도 무리가 없으므로 보통은 이것을 사용할 수 있다. 평평하거나 약간 복잡하게 되더라도 간단한 분석으로 작은 변이에 대한 힘을 쉽게 알아낼 수 있으므로 이 값을 사용하면 충분하다.

현대의 미세가공기술로 만들어지는 실리콘의 AFM 탐침은 변이에 대한 힘의 감도가 0.1 N/m 이하의 것들도 쉽게 만들 수 있으며 가령 이 경우 사용 시 변이가 0.1 nm 라고 하면 시료에 작용하는 힘은 10 pN에 불과하다. 이보다 훨씬 작은 힘을 가하거나 측정하는 것도 어렵지 않으며 이렇게 할 경우 살아있는 생체세포에 거의 영향을 주지 않으면서 여러 가지 물성을 측정하는 것도 가능하다.

Fig. 4 는 AFM 에서 탐침과 시료 사이에 작용하는 힘을 측정하는 방법을 나타낸 것인데 좌측에는 힘의 측정곡선을 우측에는 외팔보 탐침의 상태를 나타낸다. 탐침이 시료에 접근하면 먼저 van der Waals 힘의 인력을 받아 아래의 시료쪽으로 휘어지고(B), 이어서 더 접근시키면 탐침이 반발력을 받아서 위로 휘어진다(C). 반대로 탐침을 다시 위로 빼면 탐침이 점차 더 아래쪽으로 휘어지는데 시료와 탐침 사이의 접착력때문에 접근할 때보다 더 많이 아래쪽으로 휘어지다가(D) 외팔보의 스프링에 의한 힘과 접착력이 같아지면 탐침과 시료가 떨어진다(E). 접착력도 고려하여 화상자료를 얻는 특정한 조건에서 탐침에 작용하는 힘은 E에서 작용점의 PZT Z 위치값까지의 PZT Z 위치값의 차이 즉 DZ 에 외팔보의 스프링상수(k)를 곱해서 구할 수 있다.

탐침과 시료 사이에 작용하는 힘을 위와 같은 방법으로 정확하게 측정하기 위해서는 외팔보의 스프링상수(k)와 탐침의 주직 위치변화(DZ)이다. 이를 위해서 스프링상수가 다른 방법으로 정확하게 측정되어진 외팔보를 표준 비교대상으로 사용해야 한다. 그리고 PZT 의 이력현상(hysteresis)을 극복하고 위치를 정확하게 측정하기 위해서는 정전센서 (capacitive sensor)¹²의 다른 방법으로 위치를 측정하는 자체교정 기능이 있는 calibrated-AFM 이 필요하다.

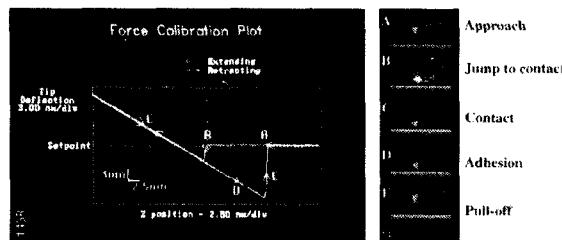


Fig. 4 Typical Force Curve with Schematic Labeling Corresponding Tip-Sample Interaction Points (manual of digital instruments co.).

6. 결론

불과 20 여년 전까지만 해도 실공간에서 원자들의 배열을 직접 볼 수 있을 것이라고 생각한 사람은 없었다. 그러나 많은 기술 발전을 통해 현재는 AFM 으로도 원자들의 배열을 볼 수 있으며 이를 장치가 제공하는 분석기술의 향상으로 인해 주변 과학의 수준과 영역을 대폭 넓혔다. 정교한 가공기술과 센서기술로 과거에는 접근불가능한 영역이었던 나노기술에서 구체적인 성과들이 많이 나오고 있다. 특히 미약한 힘을 사용하여 살아있는 생체분자들을 변형시키지 않고 관찰하는 것이 가능해졌으며 심지어 단일 DNA 분자 등의 조작도 가능하다. 기존의 거시적인 현상이었던 기계적인 마찰이나 마모 등도 이제는 원자적인 수준에서 직접 측정이 가능하고 그 작용원리를 이해하는 것이 가능하게 되었다.

단지 힘만을 측정하는 것이 아니라 탐침에 다른 센서들을 추가하여 열, 빛, 전압 등의 양을 정밀하게 측정하는 것이 가능해졌다. 따라서 과거에는 전혀 불가능하다고 생각되었던 나노 수준에서

의 많은 물리량의 측정이 가능하게 되었고 앞으로
도 더욱 깊고 넓은 연구영역을 다룰 수 있을 것인
다.

참고문헌

1. G. Binnig, H. Rohrer, and Ch. Gerber, "7x7 Reconstruction on Si(111) Resolved in Real Space," *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 50, pp. 120-123, 1983.
2. G. Binnig and H. Rohrer, "Scanning Tunneling Microscopy – from Birth to Adolescence," *Rev. Mod. Phys.*, Vol. 59, pp. 615-625, 1987.
3. G. Binnig, C. F. Quate, and Ch. Gerber, "Atomic Force Microscope," *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 56, pp. 930-933, 1986.
4. F. H. Stillinger and T. A. Weber, "Computer Simulation of Local Order in Condensed Phase of Silicon," *Phys. Rev. B*, Vol. 31, pp. 5262-5271, 1985.
5. T. R. Albrecht, S. Akamine, T. E. Carber, and C. F. Quate, "Microfabrication of Cantilever Styli for the Atomic Force Microscope," *J. Vac. Sci. Technol. A*, Vol. 8, pp. 3386-3396, 1990.