

UAFM(초음파원자현미경) 팁의 진동-접촉 해석과 나노 표면에서의 응용

Vibro-Contact Analysis of Ultrasonic Atomic Force Microscopy Tip and Its Application to Nano Surface

박태성*, 곽동열*, 박익근*[†], 김정석**

Tae Sung Park*, Dong Ryul Kwak*, Ik Keun Park*[†] and Chung Seok Kim**

초 록 본 연구에서는 접촉역학 특성에 의한 캔틸레버 팁의 접촉-진동을 연구하고 나노스케일의 표면에서 탄성특성을 이미지화 하였다. 스프링-질량 모델과 Herzian 이론을 이용하여 접촉공진주파수를 이론적으로 계산하고 초음파원자현미경을 이용하여 캔틸레버의 자유공진주파수와 접촉공진주파수의 변화를 분석하였다. 또한, 프로토타입의 초음파원자현미경을 이용하여 구상화 열처리된 시험편의 탄성 이미지를 위상과 진폭 신호를 이용하여 성공적으로 얻을 수 있었다.

주요어: 초음파원자현미경, 나노영역, 탄성특성, 진동접촉해석

Abstract Vibro-contact of cantilever tip is studied with respect to contact mechanics and an elastic characteristic of nanoscale surface is imaged. The contact resonance frequency is calculated theoretically using the spring-mass and Herzian models, and the variation of resonance frequency of cantilever was analyzed when the cantilever was free and contact. The elasticity imaging was also achieved successfully using phase and amplitude signals obtained from the spheroidized steel specimens by prototype ultrasonic AFM.

Keywords: Ultrasonic Atomic Force Microscopy(UAFM), Nanoscale, Elastic Property, Vibro-Contact Analysis

1. 서론

나노기술은 차세대 기계, 반도체, 바이오, 에너지, 항공우주, 환경 등 미래첨단산업의 가치를 극대화할 수 있는 기술이며, 이들 산업의 중추적인 역할을 하는 가장 중요한 핵심기술이 되었고 이들의 발전 속도는 그 어느 때 보다 빠른 속도로 성장해 가고 있는 실정이다. 나노기술은 기존산업에 비해 측정기술의 역할이 더욱 중요시 되고 있으나 나노스케일 영역의 측정기술은 소재를 구성하는 단위가 나노스케일로 작아지면서 표면에서의 기계적 물성

측정까지도 소재특성에 지대한 역할을 하게 되므로 보다 정밀한 측정기술이 요구된다. 기존의 소재산업의 경우 분석을 위한 수많은 현미경분석기술이 개발되어 왔고 현재 이들 또한 지속적인 발전을 위해 부단한 노력을 기울이고 있는 실정이다. 대표적인 소재의 표면을 분석할 수 있는 현미경분석으로는 잘 알려진 것이 전자현미경분석법(즉, SEM, TEM, AES, SIMS, 등)이다. 하지만 이들은 시험편을 준비하고 관찰하는데 많은 시간과 경비가 소요됨은 물론이고 공간과 환경적인 제약이 크다고 하겠다. 특히 이들은 초고진공상태(10⁻⁶~10⁻⁹ Torr)에

서만 조작이 가능하므로 실제적으로 그 응용범위를 넓히기 위해선 제품수준의 광범위한 영역과 공기 혹은 수중에서의 분석기술이 절실하다고 할 수 있다. 이러한 문제점을 해결한 것으로 1980년대 혁신적인 기술이 개발되었다. 기존의 전자현미경법과는 많은 차이는 있지만 공기 중에서 나노수준의 분해능을 갖고 표면을 관찰할 수 있는 주사탐침현미경 (SPM, scanning probe microscopy)이 개발되었다 [1,2]. 이후 많은 분야에 적용되어 현재는 나노 및 박막기술에 큰 기여를 하고 있는 실정이다. 하지만 이들 또한 보다 정밀한 분석이 요구되고 있으며 이미지 분석뿐만 아니라 표면에서의 기계적 물성까지도 요구되고 있다. 현재 나노와 박막소재의 경우 X-선, 혹은 중성자회절을 이용하여 표면의 기계적 물성 측정이 가능하지만 시료, 환경, 측정법 등 많은 분석조건으로 어려움으로 신뢰성과 정밀성을 향상시키는 데는 상당한 어려움을 안고 있다. 따라서 표면분석을 위한 표면 이미지 관찰 외에 표면에서의 정밀도 높은 기계적 물성 평가기술이 요구되고 있다. 이들의 모든 문제점을 해결할 수 있는 방법이 초음파원자현미경이라 할 수 있다[3,4]. 이는 기본적으로 원자현미경(AFM, atomic force microscopy)에 초음파특성을 접목한 한 것으로 소재의 표면이미지뿐만 아니라 표면의 탄성특성을 나노스케일로 측정할 수 있는 획기적인 분석기술이라 할 수 있다. 이들은 기본적인 원자현미경에 고주파수로 캔틸레버를 여기서 톱과 시료의 상호작용을 통해 시료의 탄성특성을 정밀도 높게 측정하고 이를 이미지화 하는 분석기술이다. 초음파원자현미경은 공진하는 톱을 이용하여 톱과 시료사이에서 상호작용할 때 주파수 변화에 따른 진폭과 위상의 변화를 측정한다[5]. 따라서 톱과 시료의 탄성 특성의 변화를 정밀도 높게 측정하기 위해서는 이와 관련된 접촉-진동해석의 연구가 수반되어야 한다[6].

따라서 본 연구에서는 톱과 시료 사이의 접촉 역학 특성에 따른 공진주파수의 변화를 이론적으로 해석하고 그 결과를 고려하여 프로토타입 (prototype)의 초음파원자현미경을 구축하였다. 그리고 톱과 시료의 접촉에 따른 공진주파수의 특성을 측정하고 이를 수치적으로 계산한 값과 상호 비교 검토하였다. 또한 탄성 특성의 변화에 의해 발생하는 접촉공진주파수의 위상과 진폭의 변화를 측정하고 그 변화를 나노스케일로 이미지화하였다.

2. 접촉-진동 해석

2.1. Clamped-Free의 경우

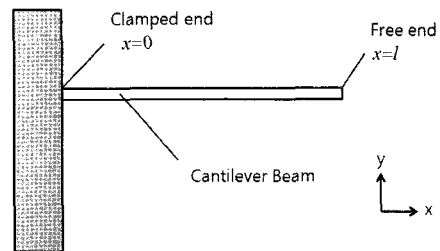
Fig. 1과 같이 본 연구에서 사용된 사각형태의 캔틸레버는 한 끝단이 고정된 진동모델로 해석할 수 있다. 균일한 단면의 등방성 빔에 대한 굽힘 모드의 운동방정식은 식(1)과 같이 4차 미분방정식으로 표현된다.

$$\rho A \frac{\partial^2 y}{\partial t^2} + EI \frac{\partial^4 y}{\partial x^2} = 0 \tag{1}$$

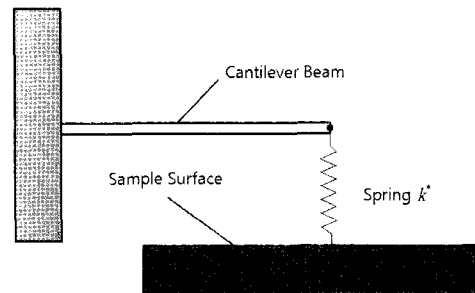
여기서 E 는 영률, ρ 는 밀도, A 는 단면적, I 는 단면 2차모멘트를 나타낸다. 해가 Ae^{kx} 형태를 갖는다고 가정하면 해는 식(2)와 같이 표현된다. 여기서 kl 은 고유진동수를 나타낸다.

$$y(l) = a_1 \sin kl + a_2 \cos kl + a_3 \sinh kl + a_4 \cosh kl \tag{2}$$

Fig. 1(a)와 같이 한쪽 끝단이 고정되고 다른 끝단이 자유로운 보에 대해서는 (3)의 경계조건을 이용하면 식(4)와 같은 행렬식으로 표현할 수 있다.



(a) Clamped-free cantilever



(b) Clamped spring-coupled cantilever

Fig. 1 Schematic diagram of a rectangular cantilever in contact with a sample and free

$$y=0, \quad \frac{\partial y}{\partial x}=0 \quad (x=0) \quad (3)$$

$$\frac{\partial^2 y}{\partial x^2}=0, \quad \frac{\partial^3 y}{\partial x^3}=0 \quad (x=l) \quad (4)$$

$$\begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 & 1 \\ k & 0 & k & 0 \\ -k^2 \sin kl & -k^2 \cos kl & k^2 \sinh kl & \beta^2 \cosh kl \\ -k^3 \cos kl & k^3 \sin kl & k^3 \cosh kl & k^3 \sinh kl \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a_1 \\ a_2 \\ a_3 \\ a_4 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix}$$

a_1, a_2, a_3, a_4 가 0이 아닌 해를 갖기 위해 계수행렬의 행렬식이 0이 되어야 한다. 계수행렬의 행렬식을 0으로 놓으면 식(5)와 같은 특성방정식을 얻을 수 있다.

$$\cos k_n l \cosh k_n l + 1 = 0 \quad (5)$$

이 특성방정식에서 각각의 모드에 따른($n=1, 2, 3, \dots$) $k_n l$ 을 구하고 식(6)을 이용하여 주파수 f_n 을 구한다.

$$f_n = \frac{(k_n l)^2}{c^2} \quad (6)$$

여기서 c 는 형상계수로 식(7)과 같다.

$$c = l \sqrt{2\pi} \sqrt[4]{\frac{\rho A}{EI}} \quad (7)$$

또한 행렬방정식 $a_1 = -a_3, a_2 = -a_4$ 를 식(2)에 대입하면 다음과 같은 모드방정식을 얻을 수 있다.

$$(\sinh k_n l - \sin k_n l) a_3 + (\cosh k_n l - \cos k_n l) a_4 = 0 \quad (8)$$

이 모드방정식은 모드의 모양을 결정하는데 사용된다.

2.2. Clamped-Spring-Coupled의 경우

캔틸레버가 시험편 표면에 접근할 때 팁-시험편 간에 상호작용력이 발생한다. 이 때 팁의 거동은 Fig. 1(b)와 같이 스프링 모델로 표현할 수 있다. 끝단의 스프링은 $x=l$ 에서 스프링이 연결된 자유단의 모멘트가 없고 또한 y 방향으로 $-k^*y$ 의 힘이 발생되고 전단력 $EI \frac{\partial^3 y}{\partial x^3}$ 가 추가되어야 한다. 따라

서 스프링이 추가된 시스템의 경계조건은 식(9)와 같다. 여기서 k_c 는 캔틸레버의 탄성계수이며 k^* 는 접촉강성을 나타낸다.

$$y=0, \quad \frac{\partial y}{\partial x}=0 \quad (x=0) \quad (9)$$

$$\frac{\partial^2 y}{\partial x^2}=0, \quad \frac{\partial^3 y}{\partial x^3} = \frac{3k^*}{k_c l^3} y \quad (x=l)$$

계산을 더 쉽게 하기 위해 일반해는 식(2) 대신 다음과 같이 표현한다.

$$y(x) = A(\cos kl + \cosh kl) + B(\cos kl - \cosh kl) + C(\sin kl + \sinh kl) + D(\sin kl - \sinh kl) \quad (10)$$

위의 경계조건을 이용하여 캔틸레버의 공진주파수를 해석할 때와 같이 그 행렬식을 구하고 식(9)의 경계조건을 이용하여 상수 A, B, C, D를 구한다. 간단한 계산을 통해 다음과 같은 특성방정식을 얻을 수 있다.

$$\begin{aligned} & \sinh k_n l \cos k_n l - \sin k_n l \cosh k_n l \\ & = \frac{(k_n l)^3 k_c}{3k^*} (1 + \cos k_n l \cosh k_n l) \end{aligned} \quad (11)$$

행렬방정식을 풀면 $a_1 = -a_3, a_2 = -a_4$ 이고 식(12)와 같은 모드방정식을 얻을 수 있다.

$$(\sinh k_n l - \sin k_n l) a_3 + (\cosh k_n l - \cos k_n l) a_4 = 0 \quad (12)$$

주파수를 구하기 위해 $\frac{k^*}{k_c}$ 를 구하여 특성방정식에 대입하여 자유공진주파수와 같은 방법으로 주파수를 구한다. 여기서 k^* 는 식(13)과 식(14)의 Herzian 이론을 사용하여 구한다[15]. 여기서 R 은 팁 반경, F_0 는 접착력 E_s, E_t 는 각각 시험편과 팁의 탄성계수 v_s, v_t 는 시험편과 팁의 푸아송 비를 나타낸다.

$$k^* = \sqrt[3]{6E^{*2}RF_0} \quad (13)$$

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} + \frac{1 - \nu_t^2}{E_t} \quad (14)$$

3. 실험장치 및 방법

Fig. 2는 본 연구에서 구축한 프로토타입의 UAFM 시스템의 모식도를 나타낸 것이다[7]. 그림에서와 같이 기본구조는 원자현미경(모식도의 우측부분, 파란색 점선부분)을 기반으로 초음파의 가진과 신호처리부(모식도의 좌측부분, 빨간색 점선부분)로 구성된다. 기본적으로 AFM은 헤드와 스캐너, 컨트롤러 제어부로 구성된다. 외부의 함수발생기(HP 33120A)를 이용하여 캔틸레버의 배면에 부착한 압전재료는 진동시키도록 하였다. 부착된 압전재료는 종파초음파를 발생시켜 캔틸레버의 진동을 야기시키게 된다. 캔틸레버 진동의 진폭변화는 AFM의 광학 빔-변위 센서로부터 락인 증폭기(Lock-in Amp)를 통하여 측정된다. 락인 증폭기는 진폭 변조된 일정 주파수에서 초음파진동으로 유도된 캔틸레버의 변위정도를 측정하는 것이 가능하다. 이러한 변위측정을 통해 캔틸레버의 공진주파수와 시험편에 접촉하였을 때의 공진주파수를 측정하였다.

Table 1은 본 연구에 사용된 캔틸레버의 정보를 나타내고 있다. 여기서 T는 두께, W는 폭, L은 길이, C는 스프링 상수를 나타낸다. 모든 캔틸레버는 <100> 방향의 단결정 실리콘 캔틸레버를 사용하였으며 영률 E는 $1.3 \times 10^{11} N/m^2$ 이고 밀도 ρ 는 $2330 kg/m^3$ 이다. 캔틸레버의 공진주파수를 측정하기 위해 캔틸레버를 시험편과 접촉시키지 않은 상태에서 캔틸레버를 가진시켜 캔틸레버의 공진주파수를 측정하였으며 또한 접촉공진주파수를 측정하기 위해 구리 및 스테인레스 강 시험편에 캔틸레버를 접촉시켜 탄성특성이 다른 재료에 대한 각각의 접촉공진주파수를 측정하였다.

Table 1 Data of the cantilevers made of crystalline silicon used in the experiments

Probe No.	T (μm)	W (μm)	L (μm)	C (N/m)
#1	2	52	446	0.19
#2	4.2	31	121	54
#3	3	26	226	2.5

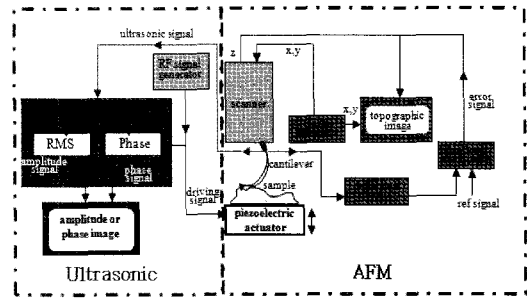


Fig. 2 Schematic diagram of prototype UAFM; combining novel AFM(blue dotted line) and ultrasonic property(red dotted line)

4. 결과 및 고찰

Fig. 3은 캔틸레버의 clamped-free상태와 시험편이 clamped-spring coupled 상태일 때의 이론적으로 시뮬레이션한 각 모드의 형상을 나타내고 있다. Fig 3(a)는 캔틸레버가 시험편에 접촉하지 않았을 때 캔틸레버의 모드 형상을 나타내고 Fig. 3(b)는 캔틸레버가 구리에 접촉하였을 때 스프링 모델과 Herzian 이론을 적용한 캔틸레버의 모드의 형상을 나타내고 있다. 여기서 이론상으로 계산된 $\frac{k_c}{k_s}$ 는

0.0002이다. Fig. 4는 각각의 캔틸레버에 공진주파수를 측정된 결과이다. 본 연구에서 사용된 장비의 주파수 주사의 최대 범위는 600 kHz로 모든 캔틸레버에 대해 600 kHz까지 주파수 주사를 하여 공진주파수를 측정하였다. #1 캔틸레버는 스프링 상수가 작고 길이가 길어 낮은 주파수에서 1차 공진주파수가 나타났으며 주파수 주사 범위 내에서 3차 모드까지 나타났다. 그러나 #2 캔틸레버는 길이가 짧고 스프링 상수가 커서 높은 주파수에서 1차 모드가 나타났다. 이론적으로 약 2MHz 이상에서 2차 및 3차 모드가 발생할 것으로 예상되나 본 연구에 사용된 장비의 주파수 주사의 한계로 2차 이상의 모드는 측정할 수 없었다. #3의 캔틸레버에서는 2차 모드까지 측정되었으며 #2의 캔틸레버와 같이 주파수 주사의 한계로 3차 이상의 모드는 측정 불가능 하였다. 각 그래프에서 약 150~300 kHz 사이의 주파수 대역에서 발생하는 신호는 캔틸레버 지지부에서 발생하는 신호로서 이것은 Yamanaka 등[8] 선행연구자에 의해 규명된 바가 있다. Table 2는 수치적으로 계산된 각 캔틸레버의 공진주파수

와 실험을 통해 측정된 공진주파수를 비교하여 나타내었다. 표에서와 같이 각 캔틸레버의 이론적 값과 측정치가 거의 일치하는 것을 확인할 수 있다. 그러나 #2의 캔틸레버는 상대적으로 많은 오차를 나타내었다. 이는 150~300 kHz 사이의 주파수 대역에서 발생하는 캔틸레버 지지부에서의 신호와 중첩되어 발생된 오차로 생각된다.

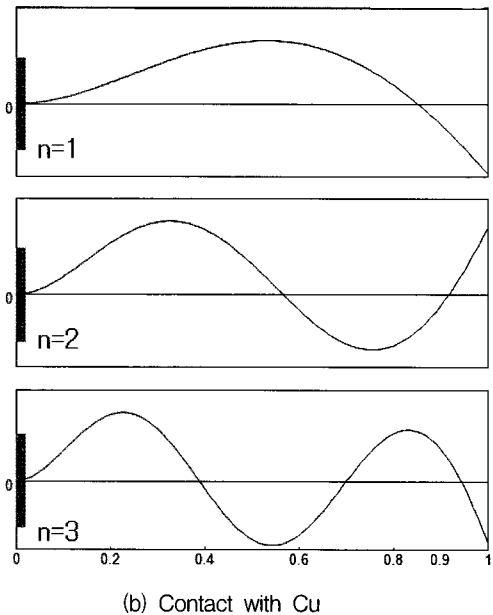
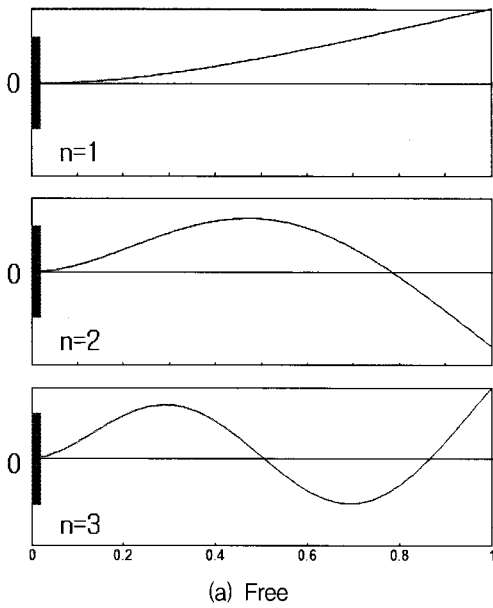
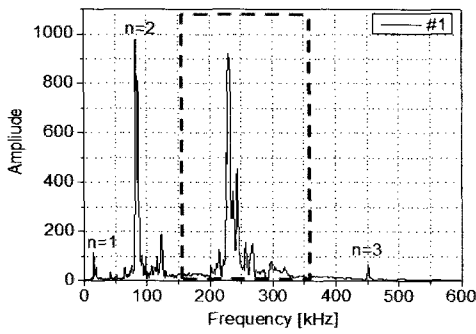


Fig. 3 Simulated mode shape for mode n=1, 2, 3

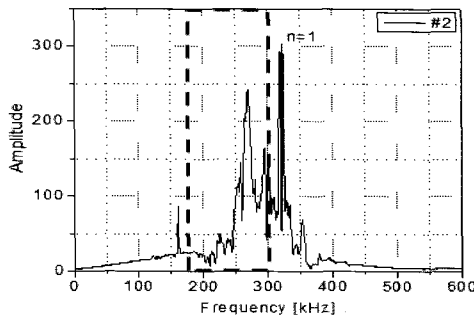
Clamped-spring coupled의 경우 캔틸레버의 공진주파수는 접촉 이론에 따라 공진주파수가 변화한다. 탄성특성에 따른 공진주파수의 변화를 확인하기 위하여 #1 캔틸레버의 1차 모드를 이용하여 재료에 따른 공진주파수를 이론적으로 계산하고 실험적으로 측정하였다. 이론적 접촉공진주파수를 계산하기 위해 접촉반경 R 은 100 nm 그리고 접촉력 F_0 는 실제 실험에 사용한 350 nN을 사용하였다. 캔틸레버가 시험편에 접촉할 때는 캔틸레버의 지지부에서 발생하는 신호들이 증폭되어 신호들이 복잡해진다. 따라서 본 연구에서는 이론적으로 계산한 값을 이용하여 각각의 공진주파수를 이론값 근처에서 스윕하여 접촉공진주파수를 측정하였다. Fig. 5는 실리콘 캔틸레버가 구리 및 스테인레스 강과 접촉하였을 때의 공진주파수를 측정된 결과이다. 구리에서의 접촉공진주파수는 65.03 kHz이며 스테인레스 강에서의 공진주파수는 72.07 kHz이다. 구리와 스테인레스의 접촉공진주파수 차이는 약 7 kHz 정도이며 이는 탄성특성의 차이에 의해 발생한 주파수의 변화로 생각된다. Table 3은 이론적 접촉공진주파수와 측정된 접촉공진주파수를 비교한 결과이다. 각 시험편에 대한 이론값과 측정된 값은 오차가 발생하였다. 이는 이론값을 계산할 때 사용된 재료의 물성치가 실제로 측정된 결과가 아닌 문헌에 명시되어 있는 값을 사용하여 발생한 오차로 생각된다.

Table 2 Experimentally determined frequency f_{exp} and calculated frequency f_n for three cantilever

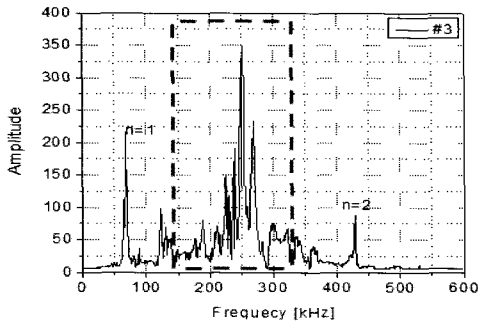
	Mode No.	f_n (kHz)	f_{exp} (kHz)
#1	1	12.74	15.23
	2	79.83	86.41
	3	223.53	237.57
#2	1	346.14	323.44
	2	2169.23	-
	3	6073.90	-
#3	1	67.33	67.25
	2	421.98	426.86
	3	1181.55	-



(a) Cantilever #1



(b) Cantilever #2



(c) Cantilever #3

Fig. 4 Free resonance frequency of cantilever

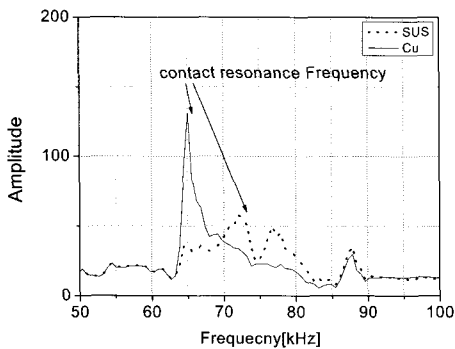


Fig. 5 Contact resonance frequency at Cu and SUS

Table 3 Experimentally determined frequency f_{exp} and calculated frequency f_n in contact with the sample

Silicon-Copper		
Mode No.	f_n (kHz)	f_{exp} (kHz)
1	55.744	65.03
2	180.176	-
3	374.336	-

Silicon-SUS		
Mode No.	f_n (kHz)	f_{exp} (kHz)
1	55.755	72.07
2	180.294	-
3	374.874	-

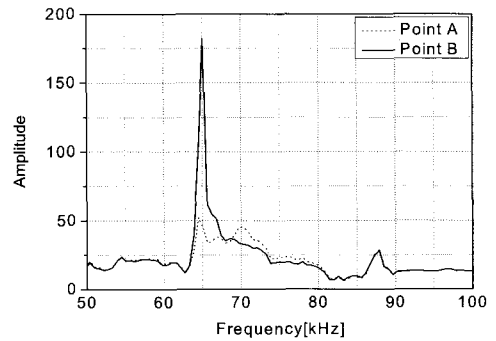


Fig. 6 Resonance frequency at the area A and B of spheroidized SWRCH45F steel

이상의 접촉-진동 공진주파수 해석 결과를 고려한 UAFM 장비로 30시간의 열처리 후 초기 시멘타이트의 분절과 성장에 의한 조대화된 수 마이크로미터 크기의 구형 시멘타이트를 측정하였다. Fig. 6에서 기지부와 구상화흑연에서의 탄성 특성에 의해 주파수 변화를 확인할 수 있다. 또한 Fig. 7(a)의 SEM 이미지에서 기지부와 구상화흑연을 확인하게 볼 수 있다. Fig. 7(b), (c), (d)는 UAFM을 이용하여 기지부와 구상화 흑연에서의 표면 높이 이미지(topography)와 주파수의 변화에 따라 변화하는 진폭과 위상의 신호를 이용하여 얻은 진폭과 위상 이미지를 나타내고 있다. Fig. 7(c)에서 A, B는 기지부와 구상화흑연에서의 접촉공진주파수 측정 위치를 나타내고 있다. AFM에서 얻어지는 표면 높이 이미지(topography)와는 다르게 UAFM에서 얻은 진폭과 위상이미지에서는 그 경계가 명확한 높은 콘트라스트 이미지를 나타내었다.

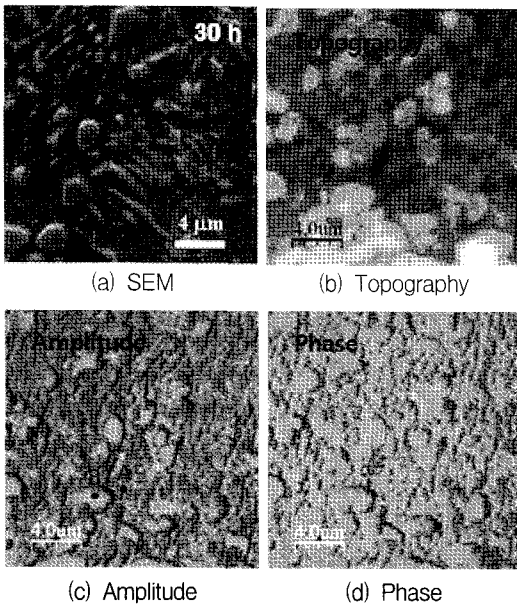


Fig. 7 SEM, AFM and UAFM images of 30h spheroidized SWRCH45F steel

5. 결론

본 연구에서는 팁과 재료의 접촉역학 특성 변화에 의한 공진주파수의 변화를 나노스케일의 기계적 물성의 변화를 측정하는 기술을 제안하였다. 접촉역학 특성의 변화에 따른 공진주파수를 변화를 예측하기 위해 스프링-질량 모델과 Herzian 이론을 이용하여 접촉공진주파수의 변화를 이론적으로 계산하고 초음파원자현미경을 이용하여 캔틸레버의 공진주파수와 접촉공진주파수의 변화를 비교한 결과 이론적인 값과 잘 일치하는 것을 확인하였다. 또한 구축된 시스템의 유용성을 검증하기 위해 구상화 열처리된 시험편의 원자현미경의 토포그래피(topography)를 관찰하고 공진주파수의 변화에 따른 위상과 진폭의 신호를 탄성 이미지를 성공적으로 얻을 수 있었다. 따라서 이를 이용한 표면에서의 탄성특성 이미지 외에 나노박막층의 물리적 특성에 대한 나노스케일의 측정도 가능할 것으로 생각된다.

후 기

이 논문은 2009년도 정부(교육과학기술부)의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 연구임 (No.2009-0082796)

참고문헌

- [1] G. Binnig, C. F. Quate and Ch. Gerber, "Atomic force microscope," *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 56, pp. 930-933 (1986)
- [2] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber and E. Weibel, "Tunneling through a controllable vacuum gap," *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 40, pp. 178-180 (1982)
- [3] K. Yamanaka and S. Nakano, "Quantitative elasticity evaluation by contact resonance in an atomic force microscope," *Appl. Phys. A* 66, S313-317 (1998)
- [4] A. Joseph, Turner and Donna C. Hurley, "Ultrasonic methods in contact atomic force microscopy," *Instrumentation, Measurement, and Metrology*, Vol. 3, pp. 117-148 (2003)
- [5] S. A. Syed Asif, K. J. Wahl and O. L. Warren, "Quantitative imaging of nanoscale mechanical properties using hybrid nanoindentation and force modulation," *J. Appl. Phys.*, Vol. 90, pp. 1192-1200 (2001)
- [6] U. Rabe, K. Kanser and W. Arnold, "Vibration of free and surface-coupled atomic force microscope cantilevers: Theory and experiment," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 69, pp. 3281-3293 (1996)
- [7] C. S. Kim, Tae-Sung Park, Ik-Keun Park, Seung Seok Lee and C. J. Lee, "Elastic imaging of material surface by ultrasonic atomic force microscopy," *J. Korean Society for Nondestructive Testing*, Vol. 29, No. 4 pp. 293-298 (2009)
- [8] T. Tsuji and K. Yamanaka "Measurement method of acoustic property on nanoscale: Improvement of precision of ultrasonic atomic force microscopy and application for measurement of material property," *Japan Society of Applied Physics*, Vol. 62, pp. 121-127 (2006)