

## 원자 현미경용 콜로이드 탐침 수직 스프링 상수 측정

김대현<sup>†</sup> · 김민석\* · 한준희\*\* · 안효석\*\*\*

서울과학기술대학교 NID융합기술대학원

\*한국표준과학연구원

\*\*서울과학기술대학교 기술경영융합대학

### Measurement of Normal Spring Constant of Colloidal Probes for Atomic Force Microscope

Dae-Hyun Kim<sup>†</sup>, Min-seok Kim\*, Junhee Hahn\*\* and Hyo-Sok Ahn\*\*\*

Graduate School of NID Fusion Technology, Seoul National University of Science and Technology

\*Korea Research Institute of Standards and Science

\*\*College of Business and Technology, Seoul National University of Science and Technology

(Received May 17, 2012; Revised July 13, 2012; Accepted July 20, 2012)

**Abstract** – A modified thermal noise method was proposed to measure the normal spring constants of the colloidal probes for an atomic force microscope. We used commercial tipless cantilevers (length 150, width 30, nominal  $k$  7.4 N/m) and borosilicate spheres with a diameter of 20 to fabricate colloidal probes. The inverse optical lever sensitivity of both the tipless cantilever and colloidal probes were used to measure the normal spring constant of the colloidal probes. We confirmed the accuracy and usefulness of our method by comparing the measurement results with those obtained using the nanoforce calibrator (NFC), which reportedly has an uncertainty of 1.00%. The modified thermal method showed a good agreement (~10% difference) with the NFC, allowing us to conclude that the modified thermal method could be employed for the effective measurement of the normal spring constants of colloidal probes.

**Keywords** – AFM(원자 현미경), normal spring constant(수직 스프링 상수), cantilever(캔틸레버), colloidal probe(콜로이드 탐침)

### 1. 서 론

원자 현미경(Atomic force microscope, AFM) 개발 이후 재료의 표면 형상에 대한 나노 스케일 이하 해상도의 영상뿐만 아니라 표면의 국부 전기 및 자기 특성 그리고 탄성, 트라이볼로지 특성과 같은 기계적 특성도 구할 수 있게 되었다[1]. 일반적으로 AFM을 이용한 기계적 특성 측정은 하중-변위 곡선을 기반으로 하는데 하중-변위 곡선은 탐침 선단과 캔틸레버의 형상 그리고

캔틸레버의 스프링 상수에 직접적으로 영향을 받는다. 하지만 하중-변위 곡선을 이용한 응착력(Adhesion force) 측정이나 마모 시험과 같이 탐침과 시편이 접촉한 상태에서 진행되는 시험 중에는 곡률이 작은 상용 탐침 선단은 쉽게 마모되는 문제점이 있다. 탐침 선단이 마모되어 형상이 변하면 접촉 면적과 접촉 압력이 변하기 때문에 신뢰성 있는 결과를 얻기 어렵게 된다. 이 문제를 해결하기 위해 캔틸레버의 끝단에 마이크로 크기의 구형 입자를 붙여 사용하는 콜로이드 탐침 기술(Colloidal probe technique, CPT)은 시험 중 탐침 선단의 변형을 최소화시킬 수 있기 때문에 마모 시험 및 표면 에너지 연구에 매우 효율적인 기술이다[2,3].

<sup>†</sup>주저자 : unduck21@seoultech.ac.kr

<sup>\*</sup>책임저자 : juny@kriss.re.kr / hsahn@seoultech.ac.kr

콜로이드 탐침 기술은 입자와 입자 사이의 상호 작용 뿐만 아니라 입자와 평탄면 사이의 상호 작용 연구에도 활용되고 있으며, 입자와 평탄면 사이에 발생하는 응착력 측정에 매우 유용하다. 특히 동일한 탐침을 이용하여 연속적으로 시험할 수 있는 장점이 있다. 물질 사이에 작용하는 모세관 힘(Capillary force), 반데르발스 힘(Van der Waals force)과 같은 응착력(Adhesion force)은 나노 마모에 영향을 주며 시편에 수직으로 전달되는 하중은 이러한 상호 작용 힘들에 영향을 미친다[4-6]. 따라서 나노 마모 연구에 사용되는 콜로이드 탐침의 스프링 상수를 결정하는 것은 매우 중요한 선결 조건이 된다. 하지만 기존의 스프링 상수 결정법인 thermal noise 방법[7]과 Sader 방법[8,9]은 캔틸레버의 형상과 재질이 균일하다는 가정 하에 사용되고 있다. 따라서 이 방법을 이용하여 캔틸레버와 재질이 다른 마이크로 크기의 구가 붙은 콜로이드 탐침의 스프링 상수를 측정할 경우 오차가 크게 발생한다. 또한 나노 힘 교정기(NFC, Nano Force Calibrator)[10,11]를 사용하면 캔틸레버의 스프링 상수를 그 형상과 무관하게 정밀하게 측정할 수 있으나 별도의 특수 측정 장비를 갖추어야 하며 측정 시 마이크로 구를 정확히 측정 위치에 정렬시켜야 하는 까다로운 절차가 수반되기 때문에 활용성 측면에서 한계가 있는 방법이다.

본 연구에서는 범용으로 활용되고 있는 기존의 thermal noise 방법을 응용하여 콜로이드 탐침의 수직 스프링 상수를 간단하게 결정하는 과정을 소개하고 그 측정 결과를 나노힘 교정기(측정 불확도 1.00%)[11]로 측정된 결과와 비교하였다.

## 2. 실험방법

### 2-1. 콜로이드 탐침 제작

시험에 사용할 콜로이드 탐침을 제작하기 위해 Budget Sensors사의 팁이 없는 캔틸레버(AIOAL-TL, length  $150 \pm 10 \mu\text{m}$ , width  $30 \pm 5 \mu\text{m}$ , thickness  $2.7 \pm 1.0 \mu\text{m}$ , Nominal spring constant  $7.4 \text{ N/m}$ )와 직경  $20 \mu\text{m}$ 인 보로실리게이트 구(Duke, 9020)를 활용하였다. 그리고 광학 현미경(Motic 사, PSM 1000)과 자외선 경화 접착제(DAEHO Glue-Tech사, DHUV-7020)를 이용해서 팁이 없는 캔틸레버 끝단 중심축에 가깝게 보로실리게이트 구를 붙였다[2,12]. 상세 제작 공정은 Fig. 1과 같다.

Fig. 2는 팁이 없는 캔틸레버와 보로실리게이트 구를 부착한 후의 콜로이드 탐침의 SEM 사진이다.

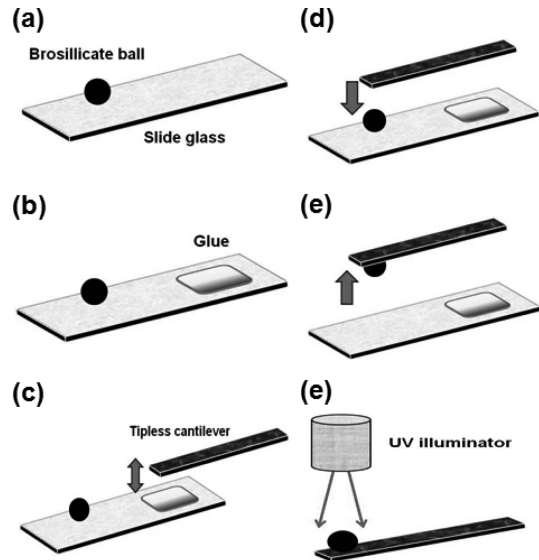


Fig. 1. The process for fabricating colloidal probe. (a)~(b) Placing a borosilicate sphere and glue on the clean slide glass. (c)~(e) Dipping the tipless cantilever in the glue followed by attaching a sphere on the cantilever tip. (e) Illuminating UV-light to cure the glue for 30 min.

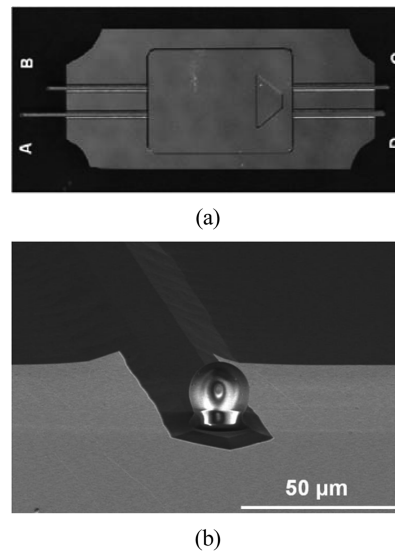


Fig. 2. SEM images of (a) tipless cantilever, and (b) colloidal probe.

### 2-2. 열잡음 (thermal noise) 측정 방법에 의한 콜로이드 탐침의 수직 스프링 상수 측정

캔틸레버가 시편과 충분히 떨어진 상태에서의 움직

입은 열적 동요(thermal fluctuation)만에 의한 것으로 생각할 수 있으며 이 경우 캔틸레버의 고유 공진 주파수 근처에서의 움직임을 관찰하면 스프링 상수를 얻을 수 있다. 주위 환경과 평형을 이루고 있는 단조 조화 진동자가 열잡음(thermal noise)에 의해 진동하는 경우 그 스프링 상수  $k$ 는 식(1)과 같이 표시된다[7].

$$k = \frac{k_B T}{\langle q^2 \rangle} \quad (1)$$

즉, 캔틸레버의 스프링 상수는 그 공진 변위  $q$ 를 측정하여 얻을 수 있다. 식에서  $k_B$ 는 볼츠만 상수이고  $T$ 는 절대 온도이다.

상용 원자 현미경에서 캔틸레버의 일정 휨량에 대하여 포도다이드에서 발생하는 전압 신호의 크기를 나타내는 척도를 광레버 감도(OLS, optical lever sensitivity)라고 하며 그 역수인  $InvOLS_{contact}$ 는 다음과 같이 표현된다.

$$InvOLS_{contact} = \frac{\Delta z}{\Delta V} (nm/volt) \quad (2)$$

그런데  $InvOLS$ 는 접촉 반사(contact reflection) 방법으로 측정한 값과 자유 진동(free vibration) 방법으로 얻은 값이 약간 차이가 나는 것으로 알려져 있으며 그 상대적 비( $\chi$ )는 다음과 같이 표시할 수 있으며 [13]

$$\chi = \frac{InvOLS_{free}}{InvOLS_{contact}} \quad (3)$$

그 값은 레이저 반사점(Laser spot)이 캔틸레버의 끝단에 위치하는 경우 1.09에 가깝다[14]. 따라서 식(1)을 식(4)로 나타낼 수 있다.  $\delta V$ 는 캔틸레버가 허공에서 진동할 때의 공진 폭(volt)이다.

$$k = \frac{k_B T}{\langle \delta V^2 \rangle \chi^2 InvOLS_{contact}^2} \quad (4)$$

본 연구에서는 콜로이드 탐침의 수직 스프링 상수를 측정하기 위해 상용 원자 현미경(Asylum Co. MFP-3D)을 사용하였다. 먼저 텅이 없는 캔틸레버의  $InvOLS$ 와 스프링 상수  $k_{tl}$ 를 측정하고 캔틸레버 끝단 부위에 직경 20  $\mu m$ 의 보로실리케이트 구를 부착시킨 후, 그  $InvOLS_{cp}$ 를 다시 측정하였다. 같은 캔틸레버임에도 불구하고  $InvOLS_{tl}$  값과  $InvOLS_{cp}$  값은 다르게 나타나는데 이는 부착된 보로실리케이트 구로

인해서  $InvOLS$  측정 시, 캔틸레버의 유효 길이가 달라지기 때문이다. 따라서 콜로이드 탐침의 스프링 상수  $k_{cp}$ 를 측정하기 위해서는 식(4)를 수정한 계산식이 필요하다. 콜로이드 탐침의 실제 접촉점이 텅이 없는 캔틸레버 끝단에서 콜로이드 입자를 붙인 위치만큼 안쪽으로 들어온 경우 즉, 유효길이가 짧아진 경우라고 생각할 수 있으므로 그 스프링 상수를 결정하기 위한 식은 식(4)를 일부 변형하여 식(5)와 같이 표현할 수 있다.

$$\begin{aligned} k_{cp} &= \frac{k_B T}{\langle \delta V^2 \rangle \chi^2 InvOLS_{tl}^2 InvOLS_{cp}^2} \\ &= k_{tl} \left( \frac{InvOLS_{tl}}{InvOLS_{cp}} \right)^2 \end{aligned} \quad (5)$$

$k_B$ : Boltzmann's constant

$T$ : Absolute temperature

$q$ : The displacement of the oscillator

$k_{cp}$ : Spring constant of colloidal probe

$k_{tl}$ : Spring constant of tipless cantilever

$\delta V$ : Resonant amplitude at free oscillation

$InvOLS_{cp}$ : Inverse of optical lever sensitivity of colloidal probe

$InvOLS_{tl}$ : Inverse of optical lever sensitivity of tipless cantilever

제작된 콜로이드 탐침 10개에 대하여 식(5)를 이용하여 수직 스프링 상수를 측정하였으며 그 결과의 신뢰성을 확인하기 위하여 표준기급 나노힘 교정기로 측정한 값과 비교 하였다.

### 2.3. 나노힘 교정기(NFC)를 이용한 콜로이드 탐침의 수직 스프링 상수 측정

Fig. 3은 나노힘 교정기를 이용한 캔틸레버의 교정 원리를 간단하게 묘사한 그림이다. 나노힘 교정기의 힘 분해능은 1.00 nN이며 캔틸레버와 접촉하여 저울로 하중을 전달하는 하중 버튼(load button)으로는 직경 1 mm의 광학유리(BK7)로 만들어진 구형대의 렌즈를 사용했다. 캔틸레버를 하중 버튼에 접촉시킨 후, 하중 버튼에 가해지는 힘과 캔틸레버 변위를 기록하였다. 변위에 따른 힘 자료의 기울기가 캔틸레버의 스프링 상수이며 linear fitting 방법으로 계산하였다. 나노 힘 교정기를 이용한 스프링 상수 측정 결과의 불확도는 1.00% 이었다. Fig. 4는 콜로이드 탐침의 수직 스프링

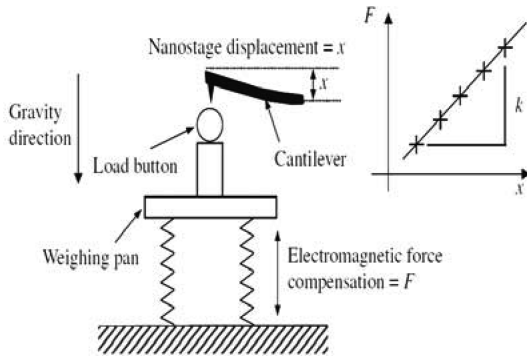


Fig. 3. A schematic diagram for calibration of normal spring constant of AFM cantilevers using the NFC.

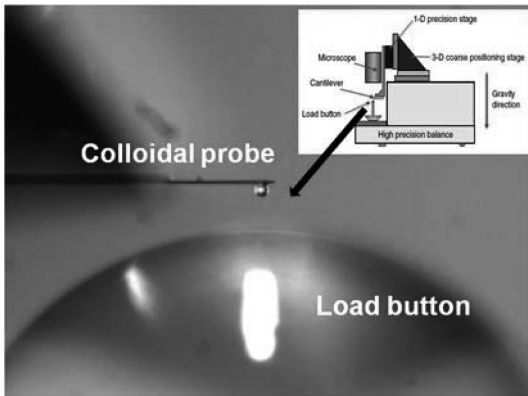


Fig. 4. The optical image of determining the normal spring constant of the colloidal probe using the NFC.

상수를 측정하기 위해 콜로이드 탐침을 나노힘 교정기 안의 하중 버튼에 접근하는 과정을 촬영한 광학 현미경 사진이다.

#### 2.4. 콜로이드 탐침의 유효길이 측정

캔틸레버의 유효 길이와 스프링 상수의 관계를 확인하기 위해 콜로이드 탐침의 유효 길이를 화상분석기를 사용하여 측정하였다. 콜로이드 탐침의 유효 길이는 캔틸레버 지지대쪽 시작점에서 반대쪽 끝에 부착된 콜로이드 구의 중심 지점까지의 길이로 정하였다.

### 3. 결과 및 토론

#### 3-1. 수직 스프링 상수 측정

Fig. 5에서 볼 수 있듯이 팁이 없는 캔틸레버 10개

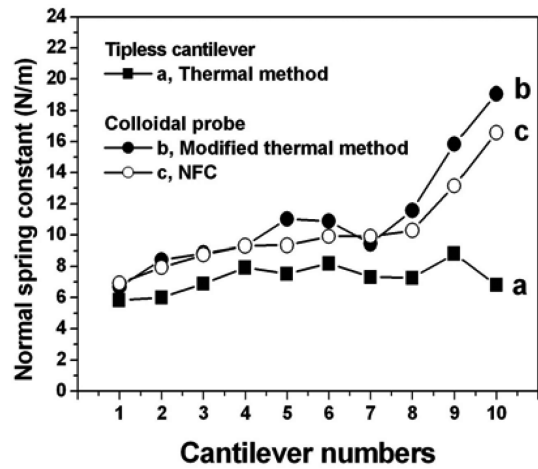


Fig. 5. Comparison of normal spring constant for various methods; (a) thermal noise method for tipless cantilever, (b, c) NFC (Nano force calibrator) and modified thermal noise method for colloidal probe, respectively.

에 대해 열잡음 측정 방법(이하 thermal method)로 수직 스프링 상수를 측정한 결과, 수직 스프링 상수의 범위는 5.84 N/m(캔틸레버 1번)에서 8.82 N/m(캔틸레버 9번)이었으며 팁이 없는 캔틸레버에 직경 20 μm인 보로실리게이트 구를 부착한 후 측정한 수직 스프링 상수는 예외 없이 증가하였다. 이는 보로실리게이트 구를 부착함으로써 캔틸레버의 유효 길이가 짧아져 InvOLS가 변경되었기 때문이다.

Thermal method를 응용한 방법을 사용하여 측정한 콜로이드 탐침들의 수직 스프링 상수를 나노힘 교정기를 사용하여 측정한 값과 비교한 결과 그 차이의 평균은 9.13% 이었다. 이러한 결과는 이번 연구에서 제안한 thermal method를 응용한 방법이 콜로이드 탐침의 수직 스프링 상수 결정에 매우 간단하면서도 효율적인 방법임을 의미한다.

#### 3-2. 캔틸레버 유효길이에 따른 수직 스프링 상수

상용 캔틸레버의 팁은 캔틸레버의 거의 끝단에 위치한다. 그러나 캔틸레버에 마이크로 구를 부착하면 마이크로 구의 크기 때문에 캔틸레버의 끝단에서 어느 정도 안쪽에 부착된다. 이는 캔틸레버의 유효 길이가 변화되는 것을 의미하며 이 변화는 접촉상태에서 측정되는 InvOLS에 영향을 미쳐 수직 스프링 상수가 달라진다.

Fig. 6은 thermal method를 응용한 방법으로 측정된

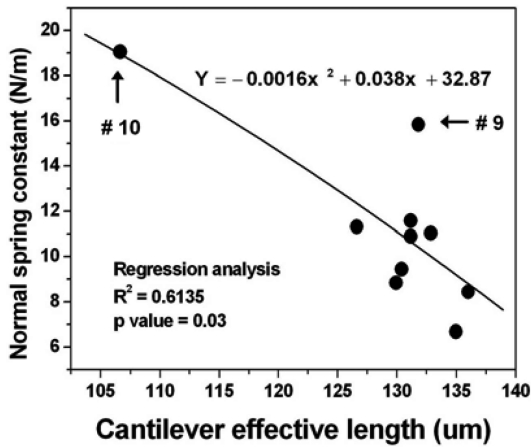


Fig. 6. Correlation of normal spring constant and cantilever effective length through regression analysis.

콜로이드 탐침들의 수직 스프링 상수를 각각의 캔틸레버 유효 길이에 따라 나타낸 그림이다. 캔틸레버의 유효 길이가 증가할수록 수직 스프링 상수는 감소하는 경향을 보였으며 회귀 분석한 결과, 회귀 방정식은  $Y = -0.0016x^2 + 0.038x + 32.87$  이었고 p-value는 0.03 으로 캔틸레버의 유효 길이와 수직 스프링 상수는 통계적으로 신뢰수준 95%에서 매우 유의한 상관관계가 있음을 확인할 수 있었다.

Fig. 6에서 화살표로 표시한 #9, #10는 각각 Fig. 5에 나타난 캔틸레버 9번과 10번이다. 캔틸레버 9번의 경우, 폭이  $33.88 \mu\text{m}$ 로 다른 캔틸레버들의 평균 폭  $30.31 \pm 0.43 \mu\text{m}$ 보다 큰 형상 차이 때문에 콜로이드 구를 부착하기 전의 스프링 상수가 가장 크게 측정되었으며(Fig. 5) 콜로이드 구를 부착하고 난 후에도 수직 스프링 상수가 크게 측정되었다. 10번 탐침의 경우, 콜로이드 구를 부착하기 이전에 측정된 수직 스프링 상수는 다른 캔틸레버에 비해 크지 않았으나 그림에서 알 수 있듯이 콜로이드 구를 상대적으로 안쪽으로 부착하여 유효 길이가 크게 줄어들었기 때문이다. 화상 분석기 측정된 결과, 캔틸레버 10번의 유효 길이는  $106.65 \mu\text{m}$ 으로 다른 캔틸레버의 평균 유효 길이  $131 \pm 2.78 \mu\text{m}$ 과 많은 차이를 보였다. 이처럼 콜로이드 탐침을 제작할 때 콜로이드 입자를 붙이는 위치 즉, 캔틸레버의 유효 길이는 콜로이드 탐침의 수직 스프링 상수에 결정적인 영향을 주게 된다. 이 시험 결과는 특정한 수직 스프링 상수의 콜로이드 탐침이 필요할 때, 유효 길이를 조절하여 제작할 수 있음을 의미한다.

#### 4. 결 론

나노 마찰 시험 및 응착 시험을 위하여 제작한 콜로이드 탐침의 수직 스프링 상수를 상용 원자 현미경과 thermal method를 응용한 방법으로 측정하였으며 신뢰성을 확인하기 위하여 표준기급 나노힘 교정기를 이용하여 반복 측정하고, 그 결과를 비교하였다. 두 방법으로 측정된 콜로이드 탐침의 수직 스프링 상수 차이의 평균은 9.13%이었다. 또한 콜로이드 입자 부착에 따른 캔틸레버의 유효 길이와 수직 스프링 상수의 상관관계도 확인하였다. 이번 연구에서는 캔틸레버의 스프링 상수를 측정할 때 고려해야할 레이저 반사점 위치와 콜로이드 탐침의 미끄러짐 등의 영향은 고려하지 않았다. 그러나 본 연구를 통해 기존의 thermal method를 응용하여 콜로이드 탐침의 수직 스프링 상수 결정하는 방법이 매우 간단하면서도 유효함을 확인할 수 있었다.

#### 후 기

이 연구는 서울과학기술대학교 교내 학술연구비 지원으로 수행되었습니다.

#### 참고문헌

1. M. A. Poggi, E. D. Gadsby, L. A. Bottomley, W. P. King, E. Oroudjev, and H. Hansma, "Scanning Probe Microscopy," *Analytical Chemistry*, Vol. 76, No. 12, pp. 3429-2444, 2004.
2. M. Kappl and H. J. Butt, "The Colloidal Probe Technique and its Application to Adhesion Force Measurements," *Particle and Particle Systems Characterization*, Vol. 19, pp. 129-143, 2002.
3. H. J. Butt, B. Cappella, and M. Kappl, "Force Measurements with Atomic Force Microscope: Technique, Interpretation and Applications," *Surface Science Reports*, Vol. 59, pp. 1-152, 2005.
4. E. S. Yoon, S. H. Yang, H. G. Han, and H. S. Kong, "An experimental study on the adhesion at a nano-contact," *Wear*, Vol. 254, pp. 974-980, 2003.
5. J. Lou and K. S. Kim, "Effects of Interfaces on Nano-friction of Vertically Aligned Multi-walled Carbon Nanotube Arrays," *Materials Science and Engineering A*, Vol. 483-484, pp. 664-667, 2008.
6. M. A. S. Quintanilla and D. T. Goddard, "Lateral Force Microscopy with Micrometer-sized Particles:

- Effect of Wear on Adhesion and Friction,” *Wear*, Vol. 268, pp. 277-286, 2010.
7. J. L. Hutter and J. Bechhoefer, “Calibration of Atomic-force Microscope Tips,” *Review of Scientific Instruments*, Vol. 64, No. 7, pp. 1868-1973, 1993.
  8. J. E. Sader and L. White, “Theoretical Analysis of Static Deflection of Plates for Atomic Force Microscope Application,” *Journal of Applied Physics*, Vol. 74, No. 1, pp. 1-9, 1993.
  9. J. E. Sader, J. W. M. Chon, and P. Mulvaney, “Calibration of Rectangular Atomic Force Microscope Cantilevers,” *Review of Scientific Instruments*, Vol. 70, No. 10, pp. 3967-3969, 1999.
  10. M. S. Kim, J. H. Choi, J. H. Kim, and Y. K. Park, “SI-traceable Determination of Spring Constants of Various Atomic Force Microscope Cantilevers with a Small Uncertainty of 1%,” *Measurement Science and Technology*, Vol. 18, pp. 3351-3358, 2007.
  11. M. S. Kim, J. H. Choi, J. H. Kim, and Y. K. Park, “Accurate Determination of Spring Constant Atomic Force Microscope Cantilever and Comparison with other Methods,” *Measurement*, Vol. 43, pp. 520-526, 2010.
  12. L. H. Mak M. Knoll, D. Weiner, A. Gorschluter, A. Schirmeisen, and H. Fuchs, “Reproducible Attachment of Micrometer Sized Particles to Atomic Force Microscopy Cantilevers,” *Review of Scientific Instruments* Vol. 77, 046104, 2006.
  13. R. Proksch, T. E. Schaffer, J. P. Cleveland, R. C. Callahan, and M. B. Viani, “Finite Optical Spot Size and Position Corrections in Thermal Spring Constant Calibration,” *Nanotechnology*, Vol. 15, pp. 1344-1350, 2004.
  14. D. A. Walters, J. P. Cleveland, N. H. Thomson, P. K. Hansma, M. A. Wendman, G. Gurley, and V. Elings, “Short Cantilevers for Atomic Force Microscopy,” *Review of Scientific Instruments*, Vol. 67, No. 10, pp. 3583-3590, 1996.