

원자 현미경 탐침의 수평방향 힘 교정에 미치는 접촉 강성의 영향

Tran Da Khoa[†] · 전기준^{**} · 정구현

울산대학교 기계공학부

*울산대학교 전기공학부

Effect of Contact Stiffness on Lateral Force Calibration of Atomic Force Microscopy Cantilever

Tran Da Khoa[†], Ki-Joon Jeon^{**} and Koo-Hyun Chung

School of Mechanical Engineering, University of Ulsan

**School of Electrical Engineering University of Ulsan*

(Received July 16 2012; Revised September 2, 2012; Accepted September 3, 2012)

Abstract – Atomic force microscopy (AFM) has been used for imaging surfaces and measuring surface forces at the nano-scale. Force calibration is important for the quantitative measurement of forces at the nano-scale using AFM. Normal force calibration is relatively straightforward, whereas the lateral force calibration is more complicated since the lateral stiffness of the cantilever is often comparable to the contact stiffness. In this work, the lateral force calibrations of the rectangular cantilever were performed using torsional Sader's method, thermal noise method, and wedge calibration method. The lateral optical lever sensitivity for the thermal noise method was determined from the friction loop under various normal forces as well. Experimental results showed that the discrepancies among the results of the different methods were as large as 30% due to the effect of the contact stiffness on the lateral force calibration of the cantilever used in this work. After correction for the effect of contact stiffness, all the calibration results agreed with each other, within experimental uncertainties.

Keywords – friction loop (마찰 곡선), rectangular cantilever (직사각형 외팔보) thermal noise method (열 잡음 방법), wedge calibration method (썰기 방법)

1. 서 론

Atomic Force Microscopy(AFM)[1]은 높은 해상도로 나노 스케일에서 재료 표면을 관찰하는 것에서부터, 10~100 nm 정도의 끝단 반경을 가지는 탐침을 이용하여 기계적 물성을 정량적으로 측정 및 분석할 수 있을 뿐만 아니라[2,3], 상대재료의 마찰 및 마멸 특성을 분석

하는데도 효과적으로 활용되고 있다. 특히, 최근의 AFM 관련 기술은 더욱 진보하여, 나노 와이어(nanowire)나 그래핀(graphene) 같은 나노 재료를 조작(manipulation)하거나 분석하는 다양한 기술들도 제시되고 있다[4,5]. 또한, 나노 스케일에서 발생하는 다양한 현상들을 정량적으로 이해하기 위하여 높은 정확도와 정밀도를 가지는 다양한 힘 교정(calibration) 방법들이 제시되고 있다.

대부분의 AFM은 미세 제작된 외팔보(cantilever)와 그 끝단에 위치한 탐침, 그리고 외팔보의 거동을 측정하기 위한 광감지기(photo-detector)로 구성되어 있으므로, 힘 교정을 위해서는 외팔보 강성(spring constant

[†]Author: trd.khoa@yahoo.com

^{**}Corresponding Author: kijeon@ulsan.ac.kr

© 이 논문은 한국윤활학회 2012년도 추계 학술대회 (2012.10.17~19. 제주) 발표논문임.

또는 stiffness) 및 외팔보 처짐(deflection)에 따른 광감지기의 민감도(normal optical lever sensitivity, 또는 normal deflection sensitivity, V/m)를 모두 측정하거나, 탐침에 작용하는 힘에 대한 광감지기의 민감도를 직접 측정하는 것이 요구된다. 현재 상용화되어 있는 AFM 외팔보의 수직방향 강성은 대략 0.002 N/m~100 N/m 정도의 범위를 갖고 있으며, 대부분의 AFM 외팔보 제작회사들은 외팔보의 형상치수, 공칭 강성, 공진 주파수 등을 제공하고 있다. 그러나, 설계 값과 실제값과의 차이는 최대 수백 %에 이르고 있으므로, 사용자들은 힘 교정을 반드시 수행해야 하며, 수직(normal) 방향 및 수평(lateral) 방향 힘 교정을 위한 다양한 방법들이 제시되고 있다.

수직 방향 힘 교정의 경우 상대적으로 잘 정립되어 있는데, 이는 AFM이 탐침과 상대재료 사이에서 작용하는 원자간 힘에 기초하고 있으며, 이를 정밀하게 측정하기 위하여 외팔보의 수직방향 굽힘을 주로 이용하기 때문이다. 현재 가장 많이 사용되는 수직방향 교정 방법 중 하나는 열잡음 방법(thermal noise method)[6]으로써, force spectroscopy 분석을 통하여 외팔보 굽힘에 대한 광감지기의 민감도를 얻은 후, single harmonics oscillation (SHO) model 등을 이용하여 열잡음 측정 결과로부터 강성을 얻는 방법이다. 또한 탐침과 표면과의 접촉을 최소화하기 위하여 외팔보의 수직방향 강성 (normal stiffness)을 먼저 유한요소법 (Finite Element Method, FEM), 또는 hydrodynamic function[7] 등을 이용하여 얻은 후, 열잡음 측정 결과로부터 역으로 민감도를 계산하는 방법도 제시되고 있다[8,9]. 특히, hydrodynamic function을 이용하는 경우, 외팔보의 폭과 길이만 광학현미경 등을 이용하여 측정함으로써, 비교적 쉽게 강성을 결정할 수 있는 장점을 가진다. 그러나 본 방법은 현재까지 직사각형 형상을 가지는 경우에 유용하며, 모든 AFM 외팔보에 대해서 일반적으로 사용되기에는 제약이 따른다. 특히, 최근에는 고속 스캔을 위하여 길이가 짧은 AFM 외팔보들의 사용이 증가하고 있음을 고려할 때, 본 방법을 더욱 확장시키기 위한 연구가 요구된다. 또 다른 방법으로는, 기준 외팔보(reference cantilever)를 이용하는 방법[10,11]이 비교적 높은 정밀도를 얻을 수 있는 것으로 보고되고 있으며, 이를 위하여 강성이 정확하게 측정된 기준 외팔보도 상용화되고 있다. 그밖에 추가 질량을 이용하는 방법[12] 등도 측정 결과를 재확인하는데 많이 이용되고 있다. 또한 수직방향 힘에 대한

민감도를 직접적으로 측정하는 방법으로써, 계산 가능한 정전기력을 가하여 외팔보의 굽힘 방향 처짐을 유발하고, 이 때 발생하는 광감지기의 응답을 직접 측정하는 교정방법[13] 도 제시되고 있다.

한편, 수평방향 힘의 교정과는 달리, 마찰력 측정에 요구되는 수평방향 힘 교정의 경우, 외팔보의 비틀림 운동에 기인하므로 상대적으로 높은 불확도(uncertainty)를 가지는 경우가 많은데, 이와 같은 불확도는 많은 경우 수평방향 처짐 민감도(lateral optical lever sensitivity, V/m) 측정 시 발생한다[14]. 실제 수평방향 힘 교정 시, 수평방향 강성(lateral stiffness)은 비교적 정확하게 결정할 수 있으나, 수평방향 처짐 민감도는, 외팔보의 비틀림에 기인한 수평방향 강성이 상대적으로 큰 값을 가지므로, 면내 굽힘(in-plane bending)과 탐침 자체의 굽힘, 또한 접촉 강성의 영향 등에 의한 불확도를 고려해야 한다[15,16]. 따라서, 수평방향 힘을 교정하기 위해서는 직접적인 힘 교정 방법이 유리한데, 대표적으로 wedge 방법[17,18], magnetic levitation을 이용하는 방법[19], pivot loading을 이용하는 방법[20] 등이 있다. 또한, 이러한 방법에서도 교정과정에서 탐침과 상대재료의 접촉이 유발되는 경우, 발생하는 접촉 강성의 영향을 파악하고 보정하기 위한 연구[21] 도 함께 수행되고 있다. 그밖에 앞서 언급한 수직방향 교정법과 마찬가지로, 수평방향 강성, 또는 비틀림 강성(torsional stiffness)을 먼저 구하고, 이로부터 수평방향 처짐 민감도 혹은 비틀림 민감도 (torsional sensitivity)를 역으로 계산하는 방법도 유용하다[9].

본 연구는 AFM 외팔보의 수평방향 힘 교정을 위한 연구로써, 다양한 방법으로 수평방향 힘 교정을 수행하고 교정 결과를 비교 분석하였으며, 특히, 접촉 강성이 수평방향 처짐 민감도에 미치는 영향에 대하여 고찰하고자 하였다. 직사각형 형상을 가지는 AFM 외팔보에 대하여, hydrodynamic function을 기반으로 한 Sader 방법과 wedge 방법을 통하여 교정을 수행하였으며, 마찰 곡선(friction loop)으로부터 결정된 수평방향 처짐 민감도, 열잡음 방법으로부터 얻은 결과들을 함께 비교 분석하였다. 최종 결과들은 수평방향 강성으로써 함께 비교하여, 효과적이고 정확한 교정 방법을 확립하는데 기여하고자 하였다.

2. 실험방법

본 연구는 상용 AFM (MFP-3D, Asylum Research,

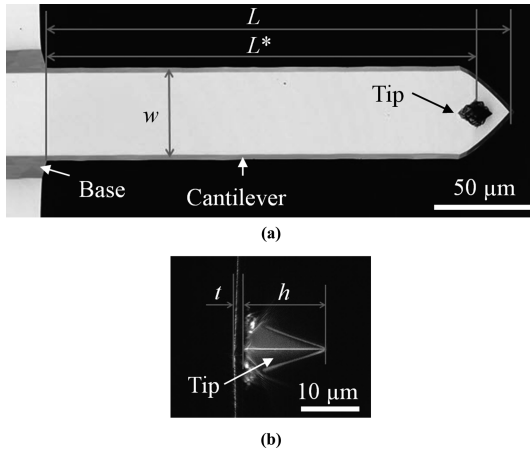


Fig. 1. Confocal microscopy images of the rectangular cantilever: (a) top view and (b) front view.

Santa Barbara, CA)을 이용하여 수행되었다. 실험에 사용된 실리콘 AFM 외팔보는 직사각형 형상이었으며, 0.2 N/m의 공칭 수직방향 강성을 가지고 있었다. 먼저 외팔보의 수직방향 강성은 열잡음 방법을 이용하여 구하였으며, 공칭값과 비교적 잘 일치하는 0.166 ± 0.002 N/m의 값을 가지고 있는 것으로 나타났다. 수평방향 힘의 교정을 위해 외팔보의 기하학적 형상을 confocal microscopy를 이용하여 측정하였으며, 그 결과를 Fig. 1에 제시하였다. Fig. 1(a)는 탐침이 위치한 쪽에서 관찰한 결과이며 (top view), Fig. 1(b)는 탐침을 정면에서 관찰한 결과이다(front view). 외팔보는 완벽한 직사각형 형상을 가지고 있지 않았으며, 탐침은 끝단으로부터 약 $18 \mu\text{m}$ 의 간격을 가지고 형성되어 있음을 알 수 있다. 외팔보의 폭(w)은 $44.4 \mu\text{m}$, 베이스에서 탐침까지의 길이(L^*)는 $218.3 \mu\text{m}$, 두께 (t)는 $1.4 \mu\text{m}$ 이었으며, 탐침의 높이(h)는 $14.6 \mu\text{m}$ 로 측정되었다. 이러한 측정결과는 Table 1에 요약하여 제시하였으며, hydrodynamic function에 기반한 Sader 방법[22,23]으로부터 수평방향 처짐 강성을 구하는데 이용되었다. 이는 외팔보의 폭과 길이만 측정하고, 점성 유체에 의하여 영향을 받는 가진 탄성 외팔보의 진동 특성으로부터 외팔보의 강성을 얻는 방법이다. 이를 위해서는 특

정 단면에 대한 hydrodynamic function이 요구되며, 원형 또는 직사각형 단면에 대한 해석이 제시되고 있다[23]. 탐침의 높이와 외팔보의 두께는 비틀림 강성으로부터 수평방향 처짐 강성을 구하는데 이용되었다.

또한, 마찰 곡선의 양 끝에서 탐침과 상대표면의 수평방향 상대 운동 없이 비틀림이 발생하는 영역(sticking 영역)으로부터 수평방향 처짐 민감도를 결정하고[14], 열잡음을 측정하여 수평방향 강성을 결정하였다. 이 때, 외팔보의 비틀림에 의한 열잡음을 측정하기 위하여 광감지기로부터 출력되는 수평 방향 신호를 이용하였으며, SHO model을 통하여 Q factor 등을 결정하였다. 또한, 마찰 곡선은 다양한 수직하중 하에서 얻어 비교 분석하였다. 마지막으로 $54^\circ 44'$ 의 기울기를 가지는 grating을 이용하여 wedge 방법을 수행하였다. 교정과정에서 탐침과 상대표면과 접촉이 유발되는 경우는 마찰 곡선 측정 과정과 wedge 방법이며, 이러한 과정에서 발생하는 접촉 강성은 기존에 제시된 연구 결과를 이용하여 다음과 같이 계산하였다[24].

$$k_{con} = 8G^*(3NR/4E^*)^{1/3} \quad (1)$$

여기서 k_{con} 은 접촉 강성, $G^* = [(2-\nu_1)/G_1 + (2-\nu_2)/G_2]^{-1}$, $E^* = [(1-\nu_1^2)/E_1 + (1-\nu_2^2)/E_2]^{-1}$ 로 주어지며, G_1 , G_2 , E_1 , E_2 는 각각 탐침과 상대재료의 전단계수 및 탄성계수이다. 또한 N 은 수직하중, R 은 탐침의 반경을 의미한다. 계산에 사용된 탐침의 반경은 공칭값인 8 nm 였으며, 상대재료와의 접촉으로 인한 탐침의 마멸을 최소화하기 위하여, 태핑 모드에서 표면에 접근 시킨 후 접촉 모드로 전환하여 실험을 수행하였으며, 미끄럼 거리를 최소화하였다.

또한, 각 실험으로부터 얻어지는 최초의 교정 결과는 서로 다른 의미를 가지게 되는데, 예를 들어, Sader 방법을 통해서 최초로 얻어지는 결과는 외팔보의 비틀림 강성(k_θ)으로써 Nm/rad의 단위를 가지며, wedge 방법으로 얻어지는 결과는 수평방향 힘에 대한 민감도(S_L)으로써 V/N의 단위를 가진다. 이들은 수평방향 처짐 민감도 (OLS_L , V/m)과 탐침의 길이, 외팔보의 두께 등을 이용하여 비교할 수 있는데, 비틀림 강성과 수평방향 강성 (k_L)은 매우 작은 비틀림 각에 대

Table 1. Cantilever specification

Shape	Length, L (μm)	Length between base and tip location, L^* (μm)	Width, w (μm)	Thickness, t (μm)	Tip height, h (μm)
Rectangular	236	218	44.4	1.4	14.6

하여 다음의 관계를 가지므로,

$$k_L = \frac{k_\theta}{(h+t/2)^2} \quad (2)$$

Sader 방법으로부터 수평방향 강성을 구할 수 있으며, wedge 방법의 경우에는 수평방향 처짐 민감도 (OLS_L)를 따로 측정함으로써, 아래의 관계를 이용하여 수평방향 강성을 얻을 수 있다.

$$k_L = S_L OLS_L \quad (3)$$

본 연구에서는 결과의 비교를 위하여, Sader 방법으로부터 수평방향 강성을 얻은 후, 열잡음 측정결과를 이용하여 역으로 수평방향 처짐 민감도를 결정하였으며, 마찰 곡선으로부터 얻은 결정된 수평방향 처짐 민감도와 비교하였다. 이를 통하여 측정과정에서 발생할 수 있는 접축 강성의 영향에 대하여 고찰하였다. 마찬가지로 열잡음 측정결과로부터 수평방향 강성을 결정하기 위해서는 수평방향 처짐 민감도를 먼저 알아야 하므로, 마찰곡선을 통하여 얻은 수평방향 처짐 민감도를 이용하여 강성을 얻어 다른 결과들과 비교함으로써, 열잡음 방법으로 구한 수평방향 강성의 타당성을 검증하였다. 실험 결과에 제시된 모든 측정값의 불확도는 8~10회 측정을 통한 표준편차를 의미하며, 측정값이 여러 개일 경우의 불확도는 Root-Sum-Squares (RSS) 방법을 이용하여 구하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3-1. Sader 방법

Sader 방법을 이용하면, 제시된 hydrodynamic function 으로부터 비틀림 강성(k)을 구할 수 있으며, 이를 위해서는 외팔보의 폭과 베이스와 탐침까지의 거리, 공진 주파수, Q factor 등이 요구된다. 본 연구에서는 Fig. 1에서 제시한 바와 같이 confocal microscopy를 이용하여 외팔보의 형상과 관련된 치수를 얻었으며, 열잡음 측정결과로부터 비틀림 공진주파수 및 Q factor를 구하였다. Fig. 2는 실험에 사용된 외팔보의 비틀림 공진에 따른 열잡음 측정결과와 SHO model을 이용한

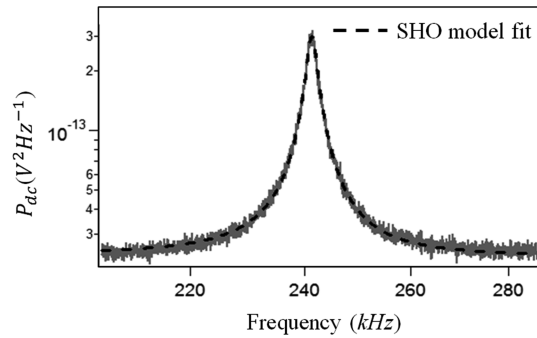


Fig. 2. Torsional thermal noise graph of the cantilever with SHO model fit.

curve fit 결과로써, 두 곡선이 잘 일치함을 알 수 있다. 비틀림 공진주파수 (f_r)는 241.3 kHz 이었으며, Q factor (Q_r)는 125.5로 나타났다. 또한, AFM 외팔보의 형상이나 Q factor의 값을 고려할 때, Sader 방법을 사용하기 위한 조건 (Q factor $\gg 1$, 높은 L/w)을 충분히 충족함을 확인할 수 있었다[7]. 그러나 Fig. 1에 제시된 바와 같이 외팔보의 형상이 완전한 직사각형 형상이 아니므로, 형상에 따른 약간의 불확도는 존재할 것으로 예상된다. 공기 밀도 (1.18 kg/m^3)와 점성($1.86 \times 10^{-5} \text{ kg/m/s}$)을 이용하여 얻은 결과, 비틀림 강성 (k_{Sader})은 $2.96 \pm 0.05 \text{ nNm/rad}$ 로 나타났다. Confocal microscopy로 측정한 탐침의 높이 ($h = 14.6 \text{ }\mu\text{m}$)와 외팔보의 두께 ($t = 1.4 \text{ }\mu\text{m}$)로부터 수평방향 강성 ($k_{L,Sader}$)을 구한 결과 (12.7 ± 0.2) N/m로 나타났다. 또한, 수평방향 강성으로부터 Fig. 2에 제시된 열잡음 측정결과를 이용하여 역으로 구한 수평방향 처짐 민감도 (OLS_L)는 $(117 \pm 2) \text{ V}/\mu\text{m}$ 로 계산되었다. Sader 방법을 위하여 측정된 값들과 교정결과는 Table 2에 요약하여 제시하였다.

3-2. 마찰 곡선과 열잡음을 이용한 방법

수직방향 힘 교정에서 많이 사용되고 있는 열잡음 방법을 수평방향 힘 교정에 적용할 수 있는지 여부를 실험적으로 검증하기 위하여, 본 연구에서는 마찰 곡선으로부터 수평방향 처짐 민감도를 결정한 후, 열잡음

Table 2. Parameters for torsional Sader's method and calibration result

Torsional resonance frequency, f_r , (kHz)	Quality factor, Q_r	Torsional spring constant, $k_{\square,Sader}$ (nNm/rad)	Lateral spring constant, $k_{L,Sader}$ (N/m)	Lateral optical lever sensitivity OLS_L , (V/ μm)
241.3	125.5	2.96 ± 0.05	12.7 ± 0.2	117 ± 2

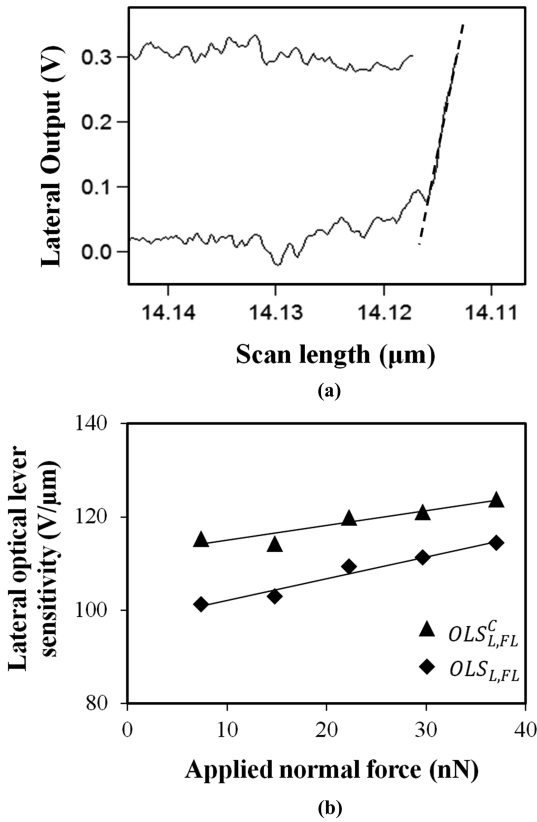


Fig. 3. (a) An example of friction loop obtained under 15 nN normal force and (b) the lateral optical lever sensitivities before and after contact stiffness correction (before correction: $OLS_{L,FL}$, after correction: $OLS_{L,FL}^C$) under various normal forces.

을 방법을 이용하여 수평방향 강성을 구하여 다른 결과들과 비교하였다. 마찰 곡선에서 탐침이 상대표면과 왕복 운동을 시작하거나, 왕복운동의 방향이 바뀔 때 발생하는 기울기로부터 수평방향 처짐 민감도를 구할 수 있는데[14], 이 때 작용하는 면내 굽힘, 접촉 강성, 탐침 자체의 굽힘 등에 의한 영향은 아래와 같이 나타낼 수 있다.

$$\frac{1}{k_{total}} = \frac{1}{k_L} + \frac{1}{k_{in-plane}} + \frac{1}{k_{tip bending}} + \frac{1}{k_{con}} \quad (4)$$

여기서, k_{total} 은 전체 유효 강성, $k_{in-plane}$ 은 수평 방향 면내 굽힘 강성, $k_{tip bending}$ 은 탐침 자체의 굽힘 강성, k_{con} 은 접촉 강성을 나타낸다. 본 실험에 사용된 AFM 외팔보는 큰 면내 굽힘 강성을 가지고 있으며, 탐침 자체 굽힘에 의한 영향은 매우 작으므로, 본 연구에서

는 접촉 강성의 영향을 주로 고찰하였다. 이를 위해서 수직하중을 7 nN~37 nN으로 변화시키며 마찰 곡선을 얻었으며, 선형 curve fit을 이용하여 수평방향 처짐 민감도를 결정하였다.

Fig. 3(a)는 대표적인 마찰 곡선으로써, 15 nN의 수직하중에서 측정된 결과를 나타낸다. 탐침과 상대재료가 운동을 시작함에 따라, 마찰력에 의한 외팔보의 비틀림이 유발되며, 이때 기울기가 나타나는 것을 알 수 있다. Fig. 3(a)의 결과로부터 curve fitting을 얻은 값은 103 V/μm였으며, 결정된 기울기 내에는 접촉 강성의 영향이 포함되어 있을 것이다. Fig. 2(b)는 수직하중의 변화에 따른 수평방향 처짐 민감도의 변화를 나타내며, 접촉 강성을 예측하여[21] 그 영향을 보정한 결과를 함께 제시하였다. 접촉 강성의 영향을 고려하지 않은 최초의 측정값은 $OLS_{L,FL}$, 접촉 강성의 영향을 보정한 값은 $OLS_{L,FL}^C$ 로 표시하였다. Fig. 3(b)에 제시된 바와 같이 접촉 강성 보정을 통하여 수평방향 처짐 민감도는 증가함을 알 수 있다. 또한, 보정전의 수평방향 처짐 민감도는 수직하중이 증가함에 따라 101 V/μm에서 114 V/μm로 약 12%의 증가를 나타냈으나, 보정 후에는 115 V/μm에서 124 V/μm로 약 8% 증가하였다. 즉, 수직하중이 증가할수록 수평방향 처짐 민감도는 증가하는 경향성을 보였으나, 그 정도는 접촉 강성 보정 후 감소하는 것으로 나타났다. 이는 수직하중이 증가함에 따라 접촉 강성이 증가하고, 이에 따라 접촉 강성이 수평방향 처짐 민감도에 미치는 영향이 감소하기 때문이다. 만일 접촉 강성이 이상적으로 정확하게 예측되었다면, 보정 후에는 일정한 값을 나타내야 할 것으로 기대되었으나, 다른 실험적 불확도에 의하여 증가하는 경향을 나타낸 것으로 생각된다. 예를 들어, 실험과정에서 탐침의 파손을 최소화하였음에도 불구하고, 실험이 진행될수록 탐침 끝단에서는 미세한 마멸이 발생할 것이며, 마멸진행에 따라 접촉면적이 증가하므로, 접촉 강성은 증가할 것이다. 이러한 증가분은 본 연구에서 고려되지 않았으므로, 마멸 진행에 따라 예측된 접촉 강성은 실제값보다 작을 것이며, 접촉 강성이 수평방향 처짐 민감도에 미치는 영향은 더 큰 것처럼 나타날 것이다. 본 실험과정에서는 저하중에서 고하중으로 하중을 점차 증가시키면서 실험을 수행하였으므로, 이러한 영향은 하중이 증가하면서 크게 나타날 것으로 생각되며, 이에 따라 보정 후에도 수직하중이 증가함에 따라 수평방향 처짐 민감도가 증가하는 경향을 보인 것으로 예상된다. 또한, 수

직하중을 증가시키기 위하여 광감지기의 선형구간을 약간 벗어났으므로, 광감지기의 비선형성에 대한 영향도 포함되어 있을 것으로 생각된다. 이러한 영향을 고려하여 본 연구에서는 보정후 수평방향 처짐 민감도 ($OLS_{L,FL}^C$) 값들의 평균값을 취하였으며, 이는 $(119 \pm 4) \text{ V}/\mu\text{m}$ 로 계산되었다. Sader 방법으로 얻은 수평방향 강성으로부터 역으로 계산한 수평방향 처짐 민감도 ($OLS_L = (117 \pm 2) \text{ V}/\mu\text{m}$)와 비교할 때, 보정 전에는 수직하중의 변화에 따라 16%~4%의 차이를 나타내었으나 보정 후에는 약 2%로 감소하였음을 알 수 있다.

앞서 구한 수평방향 처짐 민감도와 Fig. 2에 제시된 열잡음 측정결과를 이용하여 수평방향 강성을 얻은 결과, 보정되지 않은 수평방향 처짐 민감도를 이용하여 얻은 강성($k_{L,FL+T}$)은 $9.6 \text{ N/m} \sim 12.3 \text{ N/m}$ 로 나타났으며, Sader 방법을 통하여 얻은 강성($k_{L,Sader} = (12.7 \pm 0.2) \text{ N/m}$)와 비교할 때 수직하중 증가에 따라 그 차이는 약 28%에서 약 4%로 감소하는 것을 알 수 있었다. 즉, 수직하중을 증가시켜 마찰 곡선을 얻음으로써, 불확도를 많이 감소시킬 수 있는 것으로 사료된다. 보정후 얻은 수평방향 처짐 민감도 ($OLS_{L,FL}^C = (119 \pm 4) \text{ V}/\mu\text{m}$)를 이용한 결과, 수평방향 강성 ($k_{L,FL+T}^C$)은 $(13 \pm 1) \text{ N/m}$ 로써, Sader 방법을 통하여 얻은 강성과 오차 범위 내에서 잘 일치함을 알 수 있다.

3-3. Wedge 방법

본 연구에서는 wedge 방법 교정 과정에서 미치는 접촉 강성의 영향[21]을 함께 고찰하였다. 37 nN 미만의 수직하중에서는 신뢰도 있는 비틀림 민감도 ($S_{T,wedge}$)를 얻기 어려웠으며, 37 nN의 수직하중에서 $(672 \pm 34) \text{ V/nNm}$ 의 값을 얻을 수 있었다. 앞서 계산된 바와 같이 접촉 강성을 이용하여 보정한 결과, 비틀림 민감도 ($S_{T,wedge}^C$)는 $(622 \pm 31) \text{ V/nNm}$ 의 값을 나타내었다. Fig. 4는 wedge calibration 결과를 나타내는 대표적인 예로서 37 nN의 수직하중에서 $54^\circ 44'$ 의 기울기를 가지는

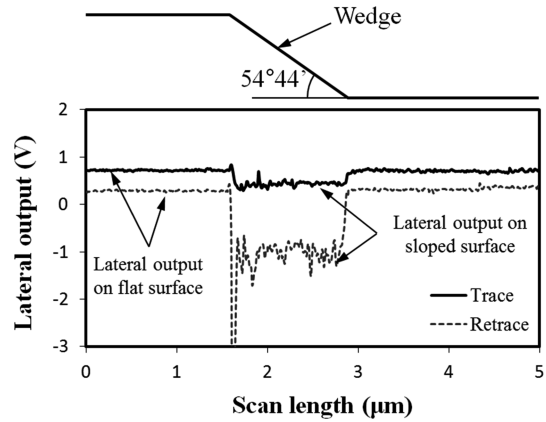


Fig. 4. An example of wedge calibration.

면을 오르고 내릴 때의 수평방향 신호의 차이를 나타낸다.

Wedge 교정 방법으로 결정된 비틀림 민감도, 탐침의 길이 및 AFM 외팔보의 두께 그리고 수평방향 처짐 민감도로부터 외팔보의 수평방향 강성($K_{L,wedge}$)를 얻을 수 있는데, 이들은 다음의 관계를 갖는다.

$$k_L = \frac{OLS_L}{S_T(h+t/2)} \tag{5}$$

교정전 비틀림 민감도 ($S_{T,wedge}$)를 이용하여 얻은 수평방향 강성($K_{L,wedge}$)은 Sader 방법 및 마찰 곡선으로부터 얻은 수평방향 처짐 민감도 (OLS_L 와 $OLS_{L,FL}^C$)를 이용할 경우, 각각 $(11.4 \pm 0.6) \text{ N/m}$, $(11.6 \pm 0.7) \text{ N/m}$ 로 나타났다. 또한 접촉 강성 교정 후의 비틀림 민감도 ($S_{T,wedge}^C$)를 이용할 경우 강성 ($K_{L,wedge}^C$)은 각각 $(12.3 \pm 0.7) \text{ N/m}$, $(12.5 \pm 0.7) \text{ N/m}$ 로 나타났다. 이러한 결과를 앞서 제시한 Sader 방법 및 열잡음 방법으로 얻은 값과 비교한 결과, 접촉 강성을 보정함으로써 그 차이가 약 13%에서 6%로 감소하였으며, 실험 오차 범위 내에서 일치함을 알 수 있었다. 즉, 탐침과 상대

Table 3. Comparison of calibration results

Method	Spring constant (N/m)	
	Before k_C correction	After k_C correction
Torsional Sader's method	$k_{L,Sader} = 12.7 \text{ N/m} \pm 0.2 \text{ N/m}$	
Thermal noise method with friction loop	$k_{L,FL+T} = 9.6 \text{ N/m} \sim 12.3 \text{ N/m}$	$k_{L,FL+T}^C = 13 \text{ N/m} \pm 1 \text{ N/m}$
Wedge calibration method	with OLS_L	$k_{L,wedge} = 11.4 \text{ N/m} \pm 0.6 \text{ N/m}$, $k_{L,wedge}^C = 12.3 \text{ N/m} \pm 0.7 \text{ N/m}$
	with $OLS_{L,FL}^C$	$k_{L,wedge} = 11.6 \text{ N/m} \pm 0.7 \text{ N/m}$, $k_{L,wedge}^C = 12.5 \text{ N/m} \pm 0.7 \text{ N/m}$

재료의 접촉과정을 포함하고 있는 wedge 방법의 경우에도 접촉 강성을 고려함으로써 보다 정확한 교정 결과를 얻을 수 있음을 알 수 있었다. 각 방법으로부터 얻은 수평방향 강성은 Table 3에 비교하여 제시하였다.

4. 결 론

본 연구에서는 AFM을 이용하여 마찰력을 정량적으로 측정하기 위해 반드시 요구되는 힘 교정에 관한 연구로서, 교정 과정에서 불확도를 유발할 수 있는 가장 큰 요인 중 하나인 접촉 강성의 영향에 대하여 고찰하였다. 이를 위하여 현재 AFM에서 가장 많이 이용되는 직사각형 형상을 가지는 실리콘 외팔보를 이용한 실험적 연구를 수행하였다. 외팔보의 기하학적 형상 정보와 hydrodynamic function을 통하여 수평방향 강성을 얻는 Sader 방법과 현재 수직방향 힘 교정에 많이 이용되는 열잡음 방법, 그리고 wedge 방법을 통한 교정을 수행하였으며, 그 결과를 비교 분석함으로써 접촉 강성이 미치는 영향을 정량적으로 평가하였다. 교정 중 탐침과 상대재료가 접촉하는 과정을 거치는 마찰 곡선 및 wedge 방법에서 접촉 강성에 의해 유발되는 불확도는 최대 28%에서 13%까지 발생하는 것으로 나타났다. 이러한 오차는 큰 수직하중을 가함으로써 어느 정도 감소시킬 수 있음을 확인할 수 있었다. 또한, 접촉 강성을 효과적으로 고려할 경우, 수 % 정도의 불확도 내에서 정확한 교정 결과를 얻을 수 있음을 제시하였다. 본 연구는 AFM을 이용하여 마찰력과 같은 수평방향 힘을 정확히 측정하는데 효과적으로 기여할 수 있을 것으로 기대된다.

기호 설명

E_1	AFM 탐침의 탄성계수 (Pa)
E_2	상대재료의 탄성계수 (Pa)
E^*	감소 탄성계수 $= [(1-\nu_1^2)/E_1 + (1-\nu_2^2)/E_2]^{-1}$ (Pa)
f_T	AFM 외팔보의 비틀림 공진 주파수 (Hz)
G_1	AFM 탐침의 전단계수 (Pa)
G_2	상대재료의 전단계수 (Pa)
G^*	감소 전단계수 $= [(2-\nu_1)/G_1 + (2-\nu_2)/G_2]^{-1}$ (Pa)
h	AFM 탐침의 높이 (m)
k_{con}	접촉 강성 (N/m)

$k_{m-plane}$	AFM 외팔보의 수평방향 면내 굽힘 강성 (N/m)
k_L	AFM 외팔보의 수평 방향 강성 (N/m)
k_L^C	접촉 강성의 영향을 고려한 AFM 외팔보의 수평방향 강성 (N/m)
$k_{tip\ bending}$	AFM 탐침의 굽힘 강성 (N/m)
k_{total}	전체 유효 강성 (N/m)
k_ϕ	AFM 외팔보의 비틀림 강성 (Nm/rad)
L	AFM 외팔보의 길이 (m)
L^*	AFM 탐침과 베이스간의 거리 (m)
N	수직 하중 (N)
OLS_L	수평방향 처짐 민감도 (V/m)
OLS_L^C	접촉 강성의 영향을 고려한 수평방향 처짐 민감도 (V/m)
Q_T	AFM 외팔보 진동모드의 Quality factor
R	AFM 탐침의 반경 (m)
S_L	수평방향 힘에 대한 민감도 (V/N)
S_T	AFM 외팔보의 비틀림 민감도 (V/Nm)
S_T^C	접촉 강성의 영향을 고려한 AFM 외팔보의 비틀림 민감도 (V/Nm)
t	AFM 외팔보의 두께 (m)
w	AFM 외팔보의 폭 (m)
ν_1	AFM 탐침의 포외송 비
ν_2	상대재료의 포외송 비

감사의 글

이 논문은 2012년도 울산대학교 연구비에 의하여 연구되었음.

참고문헌

1. Binnig, G., Quate, C. F., and Gerber, C., "Atomic Force Microscope," *Phys Rev Lett*, Vol. 56, pp. 930-933, 1986.
2. Chung, K. H., Bhadriraju, K., Spurlin, T. A., Cook, R. F., and Plant, A. L., "Nanomechanical Properties of Thin Films of Type I Collagen Fibrils," *Langmuir*, Vol. 26, pp. 3629-3636, 2010.
3. Mahaffy, R. E., Shih, C. K., MacKintosh, F. C., and KÅas, J., "Scanning Probe-Based Frequency-Dependent Microrheology of Polymer Gels and Biological Cells," *Phys Rev Lett*, Vol. 85, pp. 880-883, 2000.
4. Stan, G., Krylyuk, S., Davydov, A. V., Levin, I., and Cook, R. F., "Ultimate Bending Strength of Si

- Nanowires," *Nano Lett.*, Vol. 12, pp. 2599-2604, 2012.
5. Giesbers, A. J. M., Zeitler, U., Neubeck, S., Freitag, F., Novoselov, K. S., and Maan, J. C., "Nanolithography and Manipulation of Graphene using an Atomic Force Microscope," *Solid State Commun.*, Vol. 147, pp. 366-369, 2008.
 6. Hutter, J. L. and Bechhoefer, J., "Calibration of Atomic-Force Microscope Tips," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 64, pp. 1868-1873, 1993.
 7. 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.
 8. Higgins, M. J., Proksch, R., Sader, J. E., Polcik, M., Endoo, S. M., 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.
 9. 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.
 10. 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.
 11. 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.
 12. Cleveland, J. P., Manne, S., Bocek, D., and Hansma, P. K., "A Nondestructive Method for Determining the Spring Constant of Cantilevers for Scanning Force Microscopy," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 64, pp. 403-405, 1993.
 13. Chung, K. H., Shaw, G. A., and Pratt, J. R., "Accurate Noncontact Calibration of Colloidal Probe Sensitivities in Atomic Force Microscopy," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 80, pp. 065107, 2009.
 14. Cain, R. G., Biggs, S., and Page, N. W., "Force Calibration in Lateral Force Microscopy," *J. Colloid Interface Sci.*, Vol. 227, pp. 55-65, 2000.
 15. 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.
 16. 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.
 17. 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.
 18. 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.
 19. Li, Q., Kim, K., 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.
 20. Chung, K. H. and Reitsma, M. G., "Note: Lateral Force Microscope Calibration using Multiple Location Pivot Loading of Rectangular Cantilevers," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 81, pp. 026104, 2010.
 21. Wang, F. and Zhao, X., "Effect of Contact Stiffness on Wedge Calibration of Lateral Force in Atomic Force Microscopy," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 78, pp. 043701, 2007.
 22. 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.
 23. Sader, J. E., "Frequency Response of Cantilever Beams Immersed in Viscous Fluids with Applications to the Atomic Force Microscope," *J. Appl. Phys.*, Vol. 84, pp. 64-76, 1998.
 24. Carpick, R. W., Ogletree, D. F., and Salmeron, M., "Lateral Stiffness: A New Nanomechanical Measurement for the Determination of Shear Strengths with Friction Force Microscopy," *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 70, pp. 1548-1550, 1997.