

## 주사탐침현미경용 카본나노튜브 팁의 조립 조건 실험

박준기\*(한국기계연구원), 한창수(한국기계연구원)

An Experiment about Assembling Condition of Carbon Nanotube Tip for AFM

J. K. Park, C. S. Han (Dept. of Intelligent Precision Machine, KIMM)

### ABSTRACT

This paper describes the fabrication method for atomic force microscopy(AFM) tip with multi-walled carbon nanotube(MWNT). For making a carbon nanotube (CNT) modified tips, AC electric field which cause the dielectrophoresis was used for alignment and deposition of CNTs in this research. By dropping the MWNT solution and applying an electric field between an AFM tip and an electrode, MWNTs which were dispersed into a diluted solution were directly assembled onto the apex of the AFM tips due to the attraction by the dielectrophoretic force. In this case, we investigate the effect of the angle between a tip axis and an electrode. Experimental setup were presented, and then CNT attached AFM tips are successfully shown in this paper.

Key Words : carbon nanotube(카본나노튜브), SPM(주사 탐침 현미경), dielectrophoresis(유전영동)

### 1. 서론

카본나노튜브(Carbon Nanotube)는 다른 물질과 구별되는 날카로움(Sharpness), 고세장비(High Aspect Ratio), 높은 기계적 강성(Stiffness), 고탄성(high Elasticity), 그리고 반도체(semi-conducting)와 도체(Metallic) 성질 때문에, 카본나노튜브는 많은 연구에 적용되고 있으며, 카본나노튜브가 부착된 주사탐침현미경(Scanning Probe Microscope, SPM) 팁을 이용한 주사탐침현미경 측정은 CNT 응용에 있어서 매우 큰 효과를 내는 응용분야 중 하나이다.[1-5] 주사탐침현미경(AFM) 팁에 카본나노튜브를 붙이는 이전 연구는 대부분 화학증착법(Chemical Vapor Deposition)에 의해 이루어 졌으며, 매우 효과적인 방법이지만 고가의 장비와 고온의 챔버내에서 이루어 진다는 문제점을 가지고 있다.[6-7] 또 다른 방법으로는 기계적으로 카본나노튜브를 원하는 위치에 가져다 붙이는 것이다. 이 방법은 직경의 크기나 길이가 큰 카본나노튜브에 유용하지만, 작은 크기의 카본나노튜브를 다루기는 쉽지 않다. 또한 반복적으로 많은 팁에 붙이는데도 문제점을 가지고 있다.[8-9] 이외에 자기력을 이용해서 원자력간 현미경(Atomic Force Microscope, AFM) 팁에 카본나노튜브를 정렬

하기도 하였다.[10] 본 논문에서는 유전영동(Dielectrophoresis)을 이용하여 주사탐침현미경(AFM) 팁에 카본나노튜브를 붙이는 방법을 이용하여 좀더 높은 수율을 가지는 쉽고 간편한 방법을 연구하였다. 유전영동을 이용한 방법은 주사탐침현미경용 팁 끝에 카본나노튜브를 붙이는 방법 중 간단하고 높은 반복성을 가진다. 표면이 금속으로 코팅된 주사탐침현미경(AFM)용 팁 끝에 카본나노튜브를 붙이는 작업을 새롭게 설계된 헤드 각도 조절 장비를 이용하여 팁 끝의 접촉각에 변화를 줌으로써 좀더 효율적으로 카본나노튜브 팁을 얻을 수 있었다. 뿐만 아니라 전용 장비를 제작함으로써 과정의 안정성을 높여 보다 높은 반복성과 간편한 방법으로 카본나노튜브-팁을 제작할 수 있었다. 또한 클립 칩 캐리어를 제작하여 금속으로 코팅된 캔틸레버(Cantilever)를 이전 보다 쉽고 안정적으로 장착 및 탈착 할 수 있게 하였고, 스테이지에도 금속이 코팅된 웨이퍼를 쉽게 장착할 수 있도록 클립 형으로 제작하여 팁과 웨이퍼 사이에 전기장을 형성하였다. 이상의 새롭게 개발된 장치를 활용한 실험을 통하여 카본나노튜브 팁 제작의 좀 더 발전된 조건을 찾을 수 있을 것이며, 더 나아가 팁 끝의 카본나노튜브 길이와 기울기 조절이 가능한 제작 조건을 찾아 나갈 수 있을 것이다.

## 2. 실험

### 2.1 실험장치

본 연구에 사용된 실험 장치는 본 실험을 위해 특별히 제작되었다. 새롭게 제작된 장치는 팁의 수직 기울기를 변화 시키도록 고안되었다. 팁 끝이 카본나노튜브가 녹아있는 용액과의 접촉각을 변화 시켜서 카본나노튜브를 주사탐침현미경(AFM) 팁 끝에 붙이기 위한 실험 장치의 개략도는 그림 1과 같다. 아래 장치는 크게 전압 인가부분과 프로세싱 부분으로 나뉜다. 전압 인가 부분은 신호 발생기와 전력 공급기(power supply)를 직렬로 연결시키거나 신호 발생기만 사용하여 팁과 알루미늄 전극 사이에 전압을 걸어주어 팁과 전극사이의 유체 안에서 유전영동이 발생하도록 한다.[11-12] 팁과 전극 사이의 접촉유무를 알아내기 위해 오실로스코프 오음 미터를 팁과 전극 사이에 연결시켜 접촉 시, 신호변화를 통해 접촉유무를 판단한다. 프로세싱 부분은 Z 축으로 움직일 수 있는 스테이지와 팁의 접촉각을 변화시켜주기 위한 회전식 헤드, 그리고 원자력간 현미경 팁 과 전극부로 이루어져 있다. 스테이지는 서브 마이크로 정밀도를 가지고 아래위로 움직인다. 팁은 쉽게 교체가 가능한 클립 형태로 제작된 캐리어에 물리어 사용하게 제작하였다. 팁을 부착시킨 상태에서 각도 조절이 가능한 헤드를 움직여서 팁 끝의 접촉각을 결정하게 된다. 이렇게 기울어진 팁 끝부분의 벽면을 따라 카본나노튜브가 쉽게 붙을 수 있도록 유도하였다. 또한 이렇게 팁이 붙어있는 캔틸레버를 그림과 같이 기울어지게 함으로써 액체 상태의 카본나노튜브 용액이 팁 끝부분으로 집중되게 하는 효과를 얻기 위한 것이다. 전극으로는 알루미늄이 코팅된 웨이퍼 조각을 사용하였다. 이론적 배경에 의해 팁 부분은 음극(-), 알루미늄 전극은 양극(+)이 되도록 실험 장치를 구성하였다.

### 2.2 실험

본 연구에 사용된 주사탐침현미경 팁(모델:  $\mu$  mash NSC14)은 팁 끝부분의 곡률 직경이 90nm, 팁 높이가 15~20  $\mu$ m, 끝 부분의 경사가 20°보다 작은 콘(cone) 모양으로 이루어져 있다. 팁 끝 부분으로 전류가 흐를 수 있도록 팁에 알루미늄(Al)을 50nm 코팅하였다. 본 실험에 사용된 카본나노튜브는 직경 15~20nm, 평균길이 1~2  $\mu$ m이며 아크 방전(arc-discharge) 방법으로 얻어진 다중벽 카본나노튜브(multi-walled nanotube: MWNT)를 사용하였다. 실제 용액은 눈으로 확인했을 때, 투명하게 보일 정도로 희석하여 적당한 밀도의 카본나노튜브가 들어있는 용액을 만들어 사용하였다.

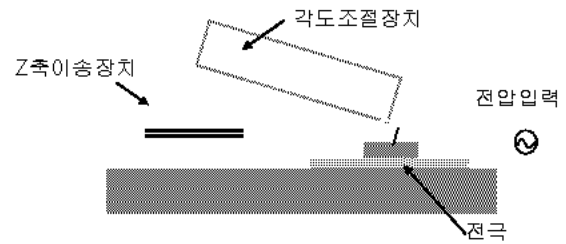


Fig. 1 Schematic of the experimental equipments for alignment and deposition of carbon nanotube on the apex of the AFM tip using the dielectrophoresis.

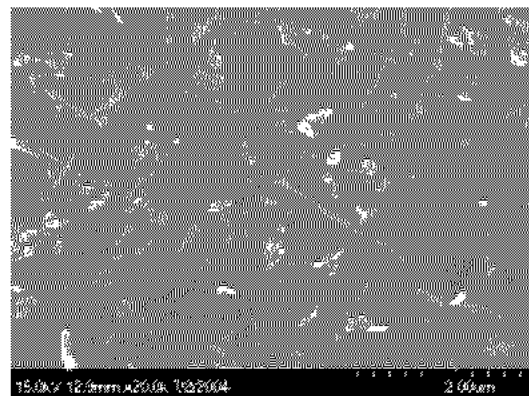
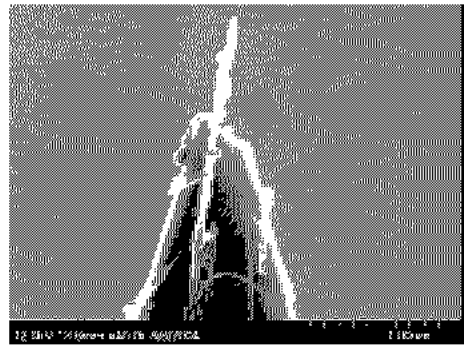


Fig. 2 Multi-walled carbon nanotube (MWNT) solution which was generated by Arc-discharged method. Lots of impurity were included in this source.

에탄올에 녹이기 전의 분말 상태의 카본나노튜브는 매우 뭉쳐서 있으며, 많은 불순물을 함유하고 있다. 이렇게 뭉쳐져 있는 카본나노튜브를 풀어서 에탄올(ethyl alcohol)에 골고루 분포 되도록 또한 불순물에 의한 카본나노튜브의 수율 저하를 방지하기 위해 카본나노튜브 정제 방법에 대한 여러 가지 시도가 이루어졌다. 그림 2는 실험에 사용된 카본나노튜브 용액을 건조하여 측정한 결과이다. 보이는 것과 같이 정제된 후에도 아직 다수의 불순물이 존재하는 것을 확인할 수 있다. 그러나 앞선 연구에 사용된 카본나노튜브에 비해서 불순물이 상당히 많이 줄었다. 다음 과정으로 코팅된 원자력간현미경용 캔틸레버를 장착하고 접근 시키면 팁에 원자력간 척력이 작용하는 점, 즉 팁 끝단과 알루미늄 전극이 거의 맞닿은 순간에 팁이 멈추게 된다. 이 상태에서 저항계(ohmmeter)로 저항을 체크한 결과 이전의 장비와 같이 수 M $\Omega$ 의 저항이 걸리는 것을 확인할 수 있었다. 이렇게 팁 끝과 알루미늄 전극이 맞닿은 순간의 결정으로 팁 끝과 알루미늄 전극 사이의 간격을 원하는 크기만큼 정확하게 띄울 수 있다. 주사탐침현미

경 팁과 알루미늄 전극 사이에 전류를 가하여 전기장을 형성하게 된다. 그 사이에 카본나노튜브가 녹아 있는 용액을 떨어뜨린다. 두 전극 사이에 떨어뜨리는 용액의 양은 카본나노튜브가 에탄올이 다 증발하기 전에 팁에 끌려가서 부착하기에 충분한 양이어야 한다. 본 실험에서는  $2\mu\text{l}$ 를 떨어뜨렸다. 이전의 주입량인  $10\mu\text{l}$ 에 비하여 상당히 적은 양의 주입으로도 좋은 결과를 얻을 수 있었다. 이는 팁이 카본나노튜브 용액과 접촉하게 되는 가장 이상적인 물리적 조건을 찾기 위해 팁에 기울기를 줌으로써 주입된 용액이 팁 끝에 집중되게 할 수 있게 되어 용액의 양을 줄일 수 있었다. 팁이 장착된 헤드의 기울기는  $10^\circ$ 에서  $70^\circ$ 까지 기울기 변화를 주면서 실행하였다. 실험은  $10^\circ$  단위로 기울기를 조정하여 각 기울기에 대하여 용액의 주입량과 농도, 팁과 전극과의 거리 그리고 팁의 종류에 대한 조건을 변화시켜가면서 여러 가지 다양한 변수에 대한 변화를 주어서 실험적으로 그 변화를 살펴보았다.

그 결과 팁의 기울기  $20^\circ$ 와  $30^\circ$ 에서 가장 좋은 결과를 보였으며, 확연하게 용액과 그 안의 카본나노튜브가 팁 끝으로 집중되는 현상을 결과를 통하여 확인할 수 있었다. 그러나 용액의 농도나 주입량 또는 팁과 전극과의 거리에 따라 같은 기울기에서도 좋지 않은 결과를 얻을 수 있었다. 이 결과로부터 팁의 기울기가 팁 끝에 카본나노튜브를 접합하는데 많은 도움이 되기는 하지만 절대적인 조건이 아님을 알 수 있다. 그림 3의 (a)는  $30^\circ$  기울기에서의 결과로 적절한 카본나노튜브의 접합을 보여주고 있다. 그림 3의 (b)는  $40^\circ$  기울기에서의 결과로 기울기 방향으로 다수의 카본나노튜브가 붙어서 진행하는 것을 확인할 수 있다. 이런 형태의 결과로 확실히 기울기를 줌으로써 팁 끝으로 용액안의 카본나노튜브가 집중되는 것을 확인할 수 있었다. 다수의 카본나노튜브가 번들(bundle)로 역이듯이 붙어나가는 현상은 용액의 농도와 작용시간을 조절함으로써 해결해 나갈 수 있으나 기울기 방향으로 기울어져 붙는 현상의 해결이 어렵다. 또한 팁의 기울기를 더욱 증가할수록 팁 끝에 붙은 카본나노튜브 역시 더 큰 기울기로 접합하는 것을 확인하였다. 그리고  $60^\circ\sim 70^\circ$ 로 팁을 기울여서 실험을 하였을 경우는 팁이 전극에 접촉할 때 전단력을 받게 됨으로 전단력 방향으로 팁이 잘려져 나가는 것을 확인할 수 있었다. 이상의 결과로부터 팁에 카본나노튜브를 붙이는 과정에서 팁의 기울기가 영향력을 가지는 것을 확인하였으며, 기울기를 포함한 최적조건을 찾을 수 있었다.



(a)



(b)

Fig. 3 SEM images of experimental result for making CNT modified AFM tip (a)  $30^\circ$  result (b)  $40^\circ$  result.

### 3. 결론

본 논문에서는 간단하고, 저렴하며, 효과적인 방법의 유전영동 힘(dielectrophoretic force)을 이용하여 주사탐침현미경 팁에 끝에 카본나노튜브를 부착하는 실험을 하였다. 또한 이 방법을 더 효율적으로 개선하기 위하여 팁 접촉각에 변화를 주는 방법이 시도되었다. 이 과정을 통하여 보다 쉽고 안정적으로 카본나노튜브가 부착된 주사탐침현미경팁을 제작할 수 있었다. 이 실험적 결과를 통해서 카본나노튜브 팁 제작의 발전된 조립 조건을 확립할 수 있었다. 논문에서 제시한 방법을 이용하여 보다 잘 정제된 카본나노튜브를 사용한다면 매우 쉽게 높은 수율로 카본나노튜브 팁을 제작할 수 있을 것이다. 또, 앞으로 이 방법을 발전시켜 다량의 카본나노튜브 팁을 한번에 제작하는 연구를 계속 할 것이다.

### 후기

이 논문은 과학기술부의 프론티어 사업인 나노메카트로닉스 사업단 및 랩엔지니어링(주)의 지원에 의해 이루어진 것입니다. 나노튜브를 제공해주신 일진나노텍(주)에 감사드립니다.

## 참고문헌

1. J. Kong, N. R. Franklin, C. Zhou, M. G. Chapline, S. Peng, K. Cho, and H. Dai, "Nanotube molecular wires as chemical sensors," *Science*, Vol. 287, pp.622-625, 2000.
2. A. Bachtold, P. Hadley, T. Nakanishi, and C. Dekker, "Logic circuits with carbon nanotube transistors," *Science*, Vol. 294, pp.1317-1320, 2001.
3. R. Martel, T. Schmidt, H. R. Shea, T. Hertel, and P. Avouris, "Single- and multi-wall carbon nanotube field effect transistors," *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 73, pp.2447-2449, 1998.
4. R. M. Stevens, N. A. Frederick, B. L. Smith, D. E. Morse, G. D. Stucky, and P. K. Hansma, "Carbon nanotubes as probes for atomic force microscopy," *Nanotechnology*, Vol. 11, pp.1-5, 2000.
5. G. Nagy, M. Levy, R. Scarmozzino, R. M. Osgood, H. Dai, R. E. Smalley, C. A. Michaeells, G. W. Flynn and G. F. Melane, "Carbon nanotube tipped atomic force microscopy for measurement of <100nm etch morphology on semiconductors," *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 73, pp529-531, 1998.
6. H. Dai, J. H. Hafner, A. G. Rinzler, D. T. Colbert, and R. E. Smalley, "Nanotubes as nanoprobe tips," *Nature*, Vol 384, pp.147-150, 1996.
7. E. Yenilmez, Q. Wang, R. J. Chen, D. Wang, and H. Dai, "Wafer scale production of carbon nanotube scanning probe tips for atomic force microscopy," *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 80, pp.2225-2227, 2002.
8. S.S. Wong, A. T. Woolley, T. W. Odem, J. Huang, P. Kim, D. V. Vezenov, and C. M. Lieber, "Single-walled carbon nanotube probe for high-resolution nanostructure imaging," *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 73, pp.3465-3467, 1998.
9. H. Nishijima, S. Kamo, S. Akita, Y. Nakayama, K. I. Hohmura, S. H. Yoshimura, and K. Takayasu, "Carbon-nanotube tips for scanning probe microscopy;preparation by a controlled process and observation of deoxyribonucleic acid," *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 74, pp.4061-4063, 1999.
10. A. Hall, W. G. Matthews, R. Superfine, M. R. Falvo, and S. Washburn, "Simple and efficient method for carbon nanotube attachment to scanning probes and other substrates," *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 82, pp.2506-2508, 2003.
11. X. A. Chen, T. Saito, H. Yamada, and K. Matsushige, "Aligning single-wall carbon nanotubes with an alternating-current electric field," *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 82, pp.2506-2508, 2001.
12. R. Krupke, F. Hennrich, H. V. Lohneysen, M. M. Kappes, "Separation of metallic from semiconducting single-walled carbon nanotubes," *Science*, Vol. 301, pp.344-347, 2003.149-150, 1999.