

원자현미경(AFM)에서 마찰력 측정을 위한 새로운 보정 기술 연구

김흥준 · Fei Wang · 윤의성* · 공호성

한국과학기술연구원 트라이볼로지연구소

A New Method for Lateral Force Calibration in Atomic Force Microscope

Hong Joon Kim, Fei Wang, Eui-Sung Yoon[†] and Hosung Kong

Tribology Research Center, KIST

Abstract – A new calibration method for exact measurement of friction force in atomic force microscope (AFM) is presented. A new conversion factor involves a contact factor affected by tip, cantilever and contact stiffness. Especially the effect of contact stiffness on the conversion factor between lateral force and lateral signal is considered. Conventional conversion factor and a new modified conversion factor were experimentally compared. Results showed that a new calibration method could minimize the effect of normal load on friction force and improve the conventional method. A new method could be applied to the specimens with different physical properties.

Key words – atomic force microscopy, lateral force, calibration, contact factor.

1. 서 론

마이크로/나노 스케일의 트라이볼로지는 기계 시스템 등이 미소화 됨에 따라 이들의 윤활 문제를 해결하기 위해 중요한 역할을 하고 있다. Mate 등이 처음으로 AFM (atomic force microscope)을 이용하여 나노 스케일에서의 마찰력을 측정함으로써, AFM은 나노 트라이볼로지 특성을 연구하기 위한 수단으로 널리 이용되고 있다[1-3].

AFM을 이용한 나노 스케일의 마찰력 측정은 LFM (lateral force microscope) 모드에서 캔틸레버의 비틀림 각의 변화를 이용하여 측정하는데, 측정된 비틀림각으로부터 마찰력을 정량화 하는 방법으로는 현재 두 가지 방법이 사용되어 지고 있다. 첫 번째로는 해석적인 방법을 이용하여 캔틸레버의 비틀림 강성을 계산하고, 이를 이용하여 센서로부터 측정된 비틀림각으로부터 마찰력을 구하는 방법이다[4-7]. 이러한 방법은 기하학적

구조가 간단한 직사각형 모양의 캔틸레버에는 적합하나, V형과 같은 복잡한 캔틸레버는 비틀림 강성을 간단히 계산하기 어려우며, 강성을 계산하는데 이용되는 팁 길이, 캔틸레버 두께 등의 변수들이 각 캔틸레버마다 편차가 크게 나타나기 때문에 실제 마찰력과는 많은 오차를 가져오게 된다[8-13].

이러한 해석적인 방법이 많은 문제점들을 가지고 있기 때문에, 정량화의 두 번째 방법으로 보정 시편을 이용하여 실험적으로 마찰력을 정량화 하는 방법이 연구되고 있다. 현재까지는 정량화를 위한 표준화가 되어있지 않으며, 이러한 연구가 몇몇 연구자들에 의해서 시도되고 있다. Ruan과 Bhushan은 굽힘각이 일정하게 유지되는 상태에서 캔틸레버의 축방향으로 스캐닝함으로써 마찰계수를 구하고 이로부터 마찰력을 정량화 하는 방법을 고안하였다[14]. 그러나 이 방법은 보정시편과 스캐닝 라인 사이의 정렬 오차로 인하여 스캐닝 방향에 따라 마찰력이 달라진다는 점을 고려하지 못하였다. 이러한 문제를 해결하고자 정확한 각도로 제작된 두 개

[†]주저자 · 책임저자 : esyoon@kist.re.kr

의 경사면에서 서로 반대방향으로 움직일 때의 마찰력을 측정하여 그 차이값으로부터 마찰력을 보정하는 방법이 연구되어졌는데, wedge 방법이라고 하며 Carpick 등에 의해 제안되어 졌다[5]. 그러나 Carpick에 의한 방법은 날카로운 형태의 팁에 대해서만 적용이 가능하며, 마찰력을 반복 측정하는 과정이 복잡하며 측정 중에 팁 자체가 손상될 가능성이 크다. Varenberg등은 이러한 문제를 해결하고자 두 경사면 사이의 평면을 함께 스캐닝하는 방법을 적용하였으며, 이러한 방법을 개선된 wedge 방법이라고 한다[6].

그러나, 이러한 기존의 실험적인 보정방법들에서의 보정 계수는 동일한 AFM과 캔틸레버를 사용할 경우 일정하다는 가정하에서 수행되어지나, 실제로는 팁과 시편 사이의 접촉강성에 의해 영향을 받는다. 접촉강성은 시편의 종류와 수직하중에 의해 영향을 받으므로, 마찰력의 정량화시 접촉강성의 영향을 고려하지 않는다면, 시편의 종류와 수직하중에 따라 큰 오차를 가져올 수도 있다.

따라서 나노 스케일의 마찰력을 정확히 측정하기 위한 정량화 보정 기술은 매우 중요하다. 본 논문에서는 Varenberg 등에 의해 제시된 개선된 wedge 방법에 기반을 두고, 접촉강성을 고려한 새로운 마찰력 보정방법을 제안하고자 한다. 이러한 접촉강성이 도입된 새로운 방법으로 마찰력 보정시 기존 방법에서 나타나던 변환 계수의 수직하중에 대한 영향을 최소화할 수 있는지, 보정 시편과 물성치가 다른 재료의 시편에도 적용이 가능한지를 고찰하고자 한다.

2. 마찰력 측정의 이론적 해석

2-1. 개선된 wedge 방법

Varenberg[6]는 마찰방향 측정신호와 마찰력 사이의 변환 계수 a 를 Fig. 1에서와 같이 평면 및 경사면의 마찰 곡선을 이용하여 다음과 같이 유도하였다.

$$\alpha = \frac{\mu(L + A \cos \theta)}{(\cos^2 \theta - \mu^2 \sin^2 \theta) W_{slope}} \quad (1)$$

여기서, L 는 수직하중이고, A 는 응착력, θ 는 경사면의 기울기이며, μ 팁과 시편 사이의 마찰계수로 다음 식으로부터 계산할 수 있다.

$$\begin{aligned} \mu^2 \sin^2 \theta (L \cos \theta + A) - \frac{\Delta_{slope} - \Delta_{flat}}{W_{slope}} (L + A \cos \theta) \mu \\ + L \sin \theta \cos \theta = 0 \end{aligned} \quad (2)$$

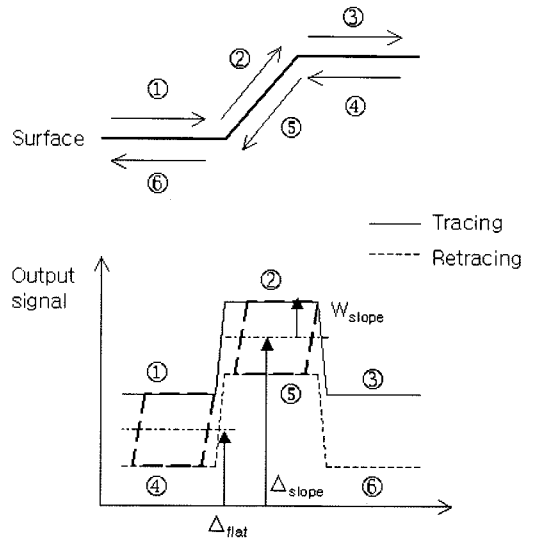


Fig. 1. Schematic view of friction loop on flat and slope surface.

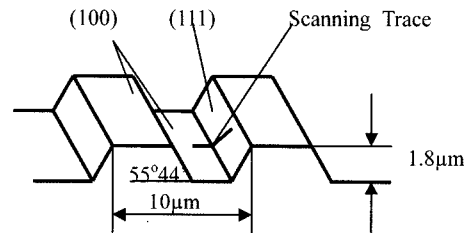


Fig. 2. Schematic view of TGF11 silicon calibration grating.

여기서, Δ_{flat} 와 Δ_{slope} 는 평면 및 경사면에서의 off-set이며, W_{slope} 는 경사면에서의 TMR 값의 반으로, 각각 Fig. 1에서 보여주는 마찰 곡선에 잘 설명되어져 있다.

Fig. 2는 Fig. 1의 평면과 경사면을 왕복 스캐닝한 마찰 곡선을 구하기 위한 보정 시편의 단면을 보여주고 있다.

2-2. 변환 계수

마찰력과 측정 신호 사이의 변환 계수 a 는 다음과 같이 두 부분으로 나눌 수 있다. 즉,

$$\alpha = \alpha_1 \alpha_2 \quad (3)$$

여기서, α_1 은 캔틸레버 비틀림각과 측정신호사이의 변환 계수로 동일한 AFM과 캔틸레버를 사용하는 경우 상수가 되며, α_2 는 마찰력과 비틀림각 사이의 변환 계수로 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$\alpha_2 = k'_{total} k \quad (4)$$

K'_{total} 은 전체 비틀림 강성으로 식 (5)와 같이 캔틸레버 강성, 팁 강성, 접촉 강성의 세 종류의 강성이 조합되어 있는 것으로 모델링 할 수 있다[12,13].

$$k'_{total}^{-1} = k'_{lever}^{-1} + k'_{tip}^{-1} + k'_{contact}^{-1} \quad (5)$$

여기서, K'_{tip} 과 K'_{lever} 은 각각 팁, 캔틸레버의 강성이며, $K'_{contact}$ 은 접촉강성이다.

접촉강성은 탄성 접촉시 특정한 방향으로 압축하는데 단위 길이당 힘의 합으로 정의되며 N/m의 단위를 사용하며, 접촉시의 스프링의 의미를 갖는다. 캔틸레버의 끝을 구면으로, 접촉하는 시편을 평면으로 가정하였을 때 접촉강성은 다음과 같이 구할 수 있다[16].

$$k_{contact} = 8G^*(3F_N R/4E^*)^{1/3} \quad (6a)$$

여기서,

$$G^* = [(2-\nu_1)/G_1 + (2-\nu_2)/G_2]^{-1} \quad (6b)$$

$$E^* = [(1-\nu_1^2)/E_1 + (1-\nu_2^2)/E_2]^{-1} \quad (6c)$$

이며, G_1 과 G_2 는 각각 팁과 시편의 전단변형율, R 은 팁 끝의 곡률반경, F_N 은 수직하중이다. 식 (5)는 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$k'_{total}^{-1} = k'_{lever+tip}^{-1} + K'_{contact}^{-1} \quad (7)$$

여기서, $k'_{lever+tip}^{-1} = K'_{lever} K'_{tip} / (K'_{lever} + K'_{tip})$ 이다.

식 (4)와 식 (7)을 식 (3)식에 대입하고 접촉 계수 β 를 이용하여 다음과 같이 정리할 수 있다.

$$\alpha = \alpha^* \beta \quad (8a)$$

$$\alpha^* = \alpha_1 h K'_{lever+tip} \quad (8b)$$

$$\beta = 1/(1+K'_{lever+tip}/K'_{contact}) \quad (8c)$$

여기서, α^* 는 캔틸레버가 동일한 경우 상수이다.

변환 계수 α 는 개선된 wedge 방법에 의해 식 (1)과 식 (2)로부터 실험적으로 구할 수 있으며, 접촉 팩터 β 는 식 (8c)으로부터 계산할 수 있으므로 사용한 캔틸레버의 α^* 값을 구할 수 있게 된다. 이렇게 보정 시편에서 구해진 α^* 은 AFM과 캔틸레버가 동일한 경우 일정하므로 이를 이용하여 시편의 물성치와 수직하중에 따라 접촉 계수 β 를 변화시킴으로써 팁과 시편 사이에 작용하는 마찰력을 정량적으로 구할 수 있다.

2.3. 접촉 강성 계수

직사각형 캔틸레버에서의 K'_{lever} 는 다음과 같이 계산된다[17].

$$k'_{cantilever} = \frac{D_0 C}{6(1+\nu)(L-\Delta L)h^2} \left\{ 1 - \frac{\tan h\left(\frac{L-\Delta L}{C}\sqrt{6(1-\nu)}\right)}{\sqrt{6(1-\nu)}} \frac{C}{L-\Delta L} \right\} \quad (9)$$

여기서,

$$D_0 = E I^2, \quad (10)$$

이며, E 와 ν 는 각각 종탄성계수, 포아송비이다. L 과 C 는 각각 캔틸레버의 길이와 폭이며, h 는 팁의 높이, ΔL 는 팁과 캔틸레버 끝단 사이의 off-set이다. Lateral 방향의 강성에 불확도가 있다고 하더라도 그러한 영향은 의 $K'_{lever+tip}/K'_{contact}$ 비율값이 이용됨으로써 현저하게 줄어들게 된다. 여기서, K'_{tip} 은 유한요소법으로 계산하며 $K'_{contact}$ 은 식 (6)으로부터 계산할 수 있다.

3. 실험 장치 및 방법

3-1. 실험 장치

AFM(Multimode SPM, Nanoscope IIIa, Digital Instrument)을 이용하여 나노 스케일의 마찰 시험을 하였으며, Fig. 3에 모습을 보여주고 있다.

식(1)과 (2)에 대입할 응착력을 측정하기 위하여 AFM의 힘-변위모드를 이용하였다. 또한, 마찰 곡선과 마찰력의 측정에는 LFM(Lateral Force Microscope)모드를 이용하였다.

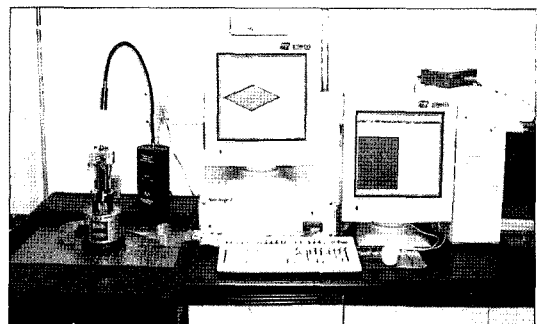


Fig. 3. A view of AFM used for the measurement of nano-adhesion and friction.

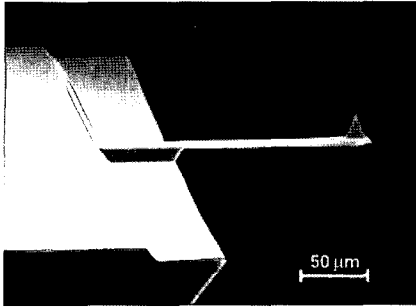


Fig. 4. SEM image of ULTRASHARP silicon cantilever of the NSC14 series.

각각 0.1 μN , 0.5 μN , 1 μN , 2 μN 의 수직하중을 가한 상태에서 마찰 곡선을 구하기 위해 데이터를 획득하였으며, 마찰 곡선으로부터 마찰계수 및 변환 계수를 계산하기 위해 Matlab을 이용하였다.

3-2. 시편

팁으로는 Fig. 4에서 보는 바와 같이 직사각형의 캔틸레버에 부착된 표준 실리콘팁[18]을 이용하였으며, 이 팁의 종탄성계수와 포아송비는 각각 $E = 129 \text{ GPa}$, $\nu = 0.28$ 이었다[19].

보정시편으로는 Fig. 5에 보는 바와 같은 TGG시리즈를 이용하였으며, 피치값은 10 μm , 경사면은 경사각 $55^\circ 44'$ 으로, (111) 결정면상에 형성되어 있다. 식 (6a), (6b)에 시편의 기계적 특성값 $E_1 = 129 \text{ GPa}$, $\nu_1 = 0.28$, $E_2 = 168.9 \text{ GPa}$, $\nu_2 = 0.262$ 를 대입하여 G^* 와 E^* 값을 구하면 각각 16.641 Gpa, 78.960 Gpa이다.

식 (9)와 식 (10)에서 $E = 129 \text{ Gpa}$, $\nu = 0.28$ 을 이

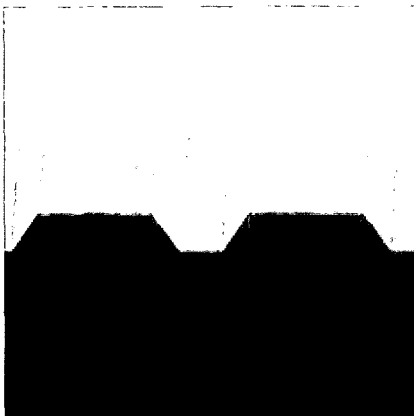


Fig. 5. SEM image of TGF01 grating.

용하여 K'_{lever} 값을 계산하면 75.531 N/m이다. K'_{tip} 은 [17]에서 FEM에 의해 계산된 값인 201 N/m을 사용하였다.

4. 결과 및 고찰

4-1. 마찰력 측정 결과

마찰력 측정을 위해 수직하중을 0.1 μN , 0.5 μN , 1 μN , 2 μN 로 변화 시키며 실험하였다. AFM으로 마찰력의 측정 결과는 Fig. 6과 같다. Fig. 6의 결과를 이용하여 Δ_{flat} 와 Δ_{slope} , W_{slope} 를 계산하였으며, 이러한 계산결과를 식 (1)과 식 (2)에 대입하여 마찰계수와 변환 계수를 구하였다.

4-2. 보정 결과

Table 1은 본 연구에서 실험한 결과를 이용하여 하중에 따른 접촉강성과 접촉 계수를 계산한 결과를 보여주고 있다.

접촉강성은 수직하중의 증가에 따라 증가하며 이에 따라 접촉 계수 β 또한 증가한다. 이처럼 β 값에는 시편의 재질뿐만 아니라 수직하중의 변화에 따른 접촉 계수의 변화가 반영되므로 정확한 마찰력의 측정을 가능하게 한다.

Table 2에서는 이러한 접촉 계수를 이용하여 마찰력을 보정한 결과를 보여주고 있다. 결과에서 알 수 있듯이 기존의 변환 계수 α 가 수직하중의 변화에 미세하게 영향을 받지만, 접촉 계수를 고려한 새로운 변환 계수에서는 그러한 영향이 거의 나타나지 않고 있다.

따라서, 새로운 변환 계수를 사용하여 마찰력을 정량화 하게 되면 기존의 방법보다 정확한 마찰력을 구할 수 있을 뿐만 아니라, 기계적인 물성치가 다른 다양한 시편에 대해서도 적용할 수 있다. 이러한 다양한 시편에 대한 적용은 향후 계속적으로 이루어져야 할 것이다.

5. 결 론

AFM을 이용하여 나노 스케일의 마찰력의 정량적인 측정을 위해 기존의 개선된 wedge 방법에 접촉 강성을 고려한 새로운 마찰력 보정 방법을 제안하였다. 마찰력과 측정 신호 사이의 변환 계수를 새로운 보정 방법을 사용하여 계산하였다. 실험결과로부터 새로이 제

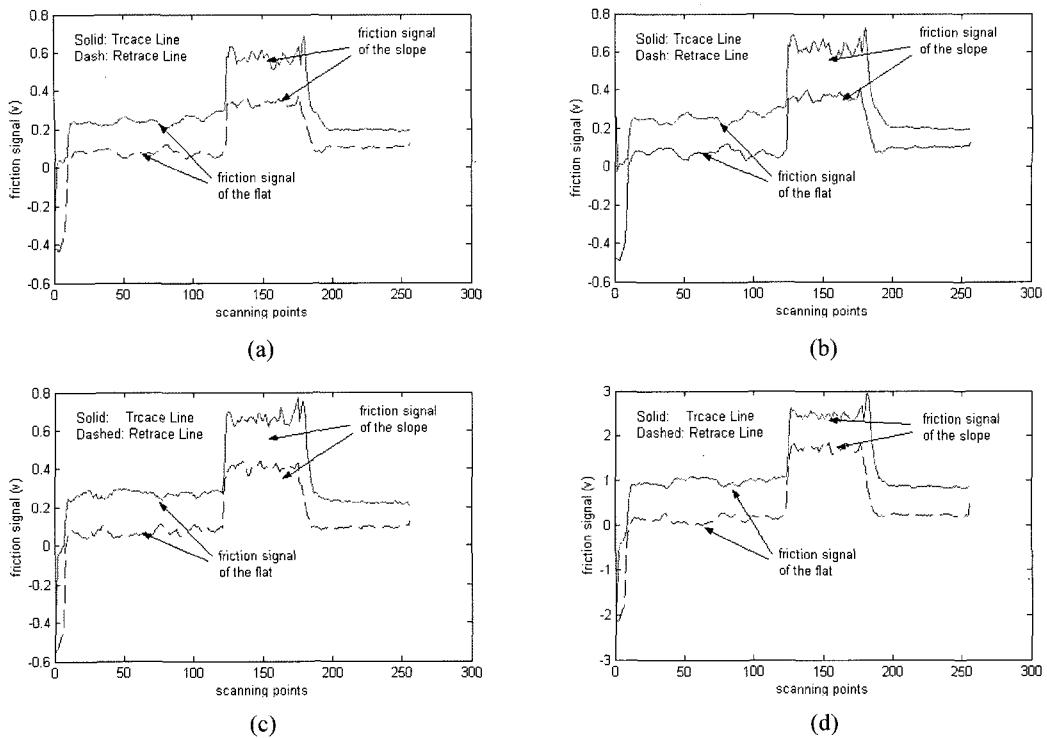


Fig. 6. Friction loops recorded under applied normal load of (a) 0.1 μN, (b) 0.5 μN, (c) 1 μN, (d) 2 μN.

Table 1. Contact stiffness and contact factors under different applied normal loads

$L(\mu\text{N})$	$K_{\text{contact}}(\text{N/m})$	β
0.1	281.83	0.83
0.5	481.92	0.89
1	626.78	0.92
2	765.01	0.93

Table 2. Coefficients of friction and lateral calibration factors of improved wedge method and new method tested on standard gratings

L (μN)	$\mu\langle 111 \rangle$	α μN/V	α^* μN/V
0.1	0.21±0.03	0.46±0.06	0.55±0.07
0.5	0.19±0.02	0.49±0.03	0.55±0.04
1	0.19±0.01	0.51±0.02	0.56±0.03
2	0.19±0.01	0.53±0.02	0.57±0.03

안된 변환 계수가 기존의 변환 계수가 가지고 있던 수직하중에 대한 영향을 거의 최소화 할 수 있음을 보여 주었으며, 이는 나노스케일에서 마찰력을 좀 더 정확

하게 정량화 할 수 있는 방법임을 알 수 있었다.

후 기

본 연구는 산업자원부 표준화기술개발사업의 연구비 지원을 받아 수행되었음.

참고 문헌

- Mate, C. M., McClelland, G. M., Chiang, S. and Erlandsson, R., "Atomic-scale friction of a tungsten tip on a graphite surface", *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 59, pp.1942-, 1987.
- Fujisawa, S., Kishi, E., Sugawara, Y. and Morita, S., "Lateral force curve for atomic force/lateral force microscope calibration", *Appl. Phys. Lett.* Vol. 66, pp.526-528, 1995.
- Yang, X., Perry, S. and Langmuir, S., "Friction and Molecular Order of Alkanethiol Self-Assembled Monolayers on Au(111) at Elevated Temperatures Measured by Atomic Force Microscopy", Vol. 19, pp.6135-6139, 2003.

4. Ruan, J. and Bhushan, B., "Atomic scale friction measurements using friction force microscopy: part II", *ASME J. Tribol*, Vol. 116, pp.378-, 1994.
5. 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.
6. 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.
7. Morel, N., Tordjeman, P. and Ramonda, M., "Quantitative nanotribology by atomic force microscopy", *Appl. Phys*, Vol. 38, pp.895-899, 2005.
8. Meurk, A., Larson, L. and Bergstrom, L., "Tribological properties of iron powder subjected to various surface treatments", *Mater. Res. Soc. Symp. Proc*, Vol. 522, pp.427-432, 1998.
9. Liu, Y., Wu, T. and Evans, D. F., "Lateral force microscopy study on the shear properties of self-assembled monolayers of dialkylammonium surfactant on mica", *Langmuir*, Vol. 10, pp.2241-2245, 1994.
10. Liu, E., Blanpain, B. and Celis, J. P., "Calibration procedures for frictional measurements with a lateral force microscope", *Wear*, Vol. 192, pp.141-150, 1996.
11. Neumeister, J. and Ducker, W. A., "Lateral, normal, and longitudinal spring constants of atomic force microscopy cantilevers", *Rev. Sci. Instrum*, Vol. 65, pp. 2527-2531, 1994.
12. 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.
13. Jeon, S., Braiman, Y. and Thundat, T. "Torsional spring constant obtained for an atomic force microscope cantilever", *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 84, pp.1795-1797, 2004.
14. Klein, H., Pailharey, D. and Mathey, Y., "Friction force studies on layered materials using an atomic force microscope", *Surf. Sci.*, Vol.387, pp.227-235, 1997
15. Attard, P., Carrambassis, A. and Rutland, M. W., "Dynamic surface force measurement. 2. Friction and the atomic force micros", *Langmuir*, Vol. 15, pp.553-563, 1999.
16. 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.
17. Sader, J. E., "Susceptibility of atomic force microscope cantilevers to lateral forces", *Rev. Sci. Instrum*, Vol. 74, pp.2438-2443, 2003.
18. NSC14 series from Mikromasch.
19. Kuschnerit, R., Fath, H., Kolomenskii, A. A., Szabadi, M. and Hess, P., "Mechanical and elastic properties of amorphous hydrogenated silicon films studied by broadband surface acoustic wave spectroscopy", *Appl. Phys. A: Mater. Sci. Process*, Vol. 61, pp.269-276, 1995
20. TGF series from Mikromasch.
21. Franca, D. R. and Blouim, A., "All-optical measurement of in-plane and out-of-plane Young's modulus and Poisson's ratio in silicon wafers by means of vibration modes", *Meas. Sci. Technol.*, Vol. 15, pp.859-868, 2004.
22. Kogut, L. and Etsion, I., "Adhesion in elastic-plastic spherical microcontact", *J. Colloid Interface Sci.*, Vol. 261, pp.372-378, 2003.