

바이오응용을 위한 압전 공진형 MEMS 소자

김용범, 김형준, 강지윤, 김태송

한국과학기술연구원 마이크로시스템 연구센터

Yong Bum Kim, Hyung Joon Kim, Ji-Yoon Kang and Tae Song Kim
Department Microsystem Research Center, Korea Institute of Science
and Technology

Abstract - This papers describes the preparation and experimental results of a micro mass detection devices based on cantilever and a diffuser-type micro pump using screen printing thick-film technologies and Si micro-machining. PZT-PCW thick films were prepared by new hybrid method based on the screen printing. By applying these PZT-PCW piezoelectric thick films on actuator, a cantilever for mass detection sensor and a micropump for microfluidic element are successfully fabricated. Resonant frequency and displacement of PZT-PCW thick film actuator in air and in liquid are measured by laser vibrometer system as a function of actuator size. The resonant frequency of PZT-PCW thick film actuator in liquid decreases order of $1/2-1/4$ due to damping effect. The sensitivity of cantilever is characterized by Au deposition method which has the mass loading effect such as adsorption of protein. The Sensitivity of PZT-0.12PCW thick film cantilever is proportional to detecting area.

Key words - Cantilever, Micropump, Piezoelectric, PZT, Thick Film technology

1. 서론

MEMS 공정을 이용한 시스템의 액츄에이터 부분에 있어 압전, 전왜 특성을 갖는 박·후막을 이용하는 기술은 타 방법에 비하여 구동전압이 낮으면서 큰 힘(stroke)을 얻을 수 있고, 빠른 응답특성, 간단한 시스템구조 및 반도체 공정과의 정합성이 뛰어난 제조 공정 때문에 이를 적용한 트랜스듀서의 제조연구에 관심이 커지고 있다. 대표적인 압전 재료인 PZT는 우수한 압전 및 역 압전 특성을 가지고 있어 이러한 응용에 가장 유력한 물질로 많은 연구가 진행되고 있다. PZT를 포함한 압전후막은 박막에 비해 큰 actuating force와 안정적인 전기적 특성을 얻을 수 있어 새로운 분야의 다양한 디바이스를 개발하는데 응용가능 할 것으로 생각된다[1-3].

압전후막을 제조하는 공정 중에 스크린 인쇄법은 비교적 공정이 용이하고, 공정가격이

저렴하며, 별도의 패턴 공정 없이 바로 소자 패턴을 형성할 수 있으며, 출발원료 물질인 분말의 조성을 조절함으로써, 후막의 조성을 얻을 수 있는 등의 장점으로 MEMS 공정과의 정합성이 우수한 공정으로 평가되고 있다. 그러나 스크린 인쇄법을 포함하여 분말을 출발물질로 하는 후막제조법은 소결공정과 같은 고온공정을 거침에 의해 Si기판과 후막과의 반응이 일반적으로 대두되며, 소결된 압전 후막은 bulk와 달리 낮은 소결밀도를 나타내는 등의 문제점을 가지고 있다 [2,5,6]. 이러한 원인에 의해 제조된 압전후막의 전기적 성질 및 기계적 성질은 같은 조성의 박막 및 bulk에 비해 크게 떨어진다. 이를 개선하고자 본 연구팀은 저온소성용 PZT 조성개발 및 통상의 스크린 인쇄법과 더불어 PZT sol solution을 함침하여 binder로서 적용하는 공정을 시도하였으며, 제조된 PZT 후막은 저온공정에 의해 기판과 PZT 후막과

의 반응을 최소화 할 수 있었고, 비교적 높은 소결밀도를 얻음으로서 궁극적으로 PZT 후막의 전기적인 특성이 개선되었음을 발표한바 있다[7-9].

본 연구에서는 이렇게 개발된 PZT 후막 제조공정 및 Si micromachining 공정을 이용하여, Bio칩 응용을 위한 압전 캔틸레버형 미세 무게감지 소자 및 diffuser형 마이크로 펌프를 시험 제작하였으며, 이의 연구결과를 제시하였다. 압전 캔틸레버형 미세 무게감지 소자의 경우, 실제 bio칩에 응용하기 위해서는 이들 소자들은 액체 환경하에서 작동되리라 예상되는데, 이를 위해 본 연구에서는 이러한 소자들의 공기중 및 액체중에서의 기본적인 특성을 측정하였다. 마이크로 펌프 역시, 공기중에서의 actuator의 기본 특성과 액체 펌핑과정에서의 기본 특성을 비교하였다.

2. 실험방법

2.1. PZT-PCW 후막 제조

본 연구에서 사용한 압전후막의 조성은 PZT(52/48) + 0.12 mol% PCW을 선택하였다. 원료 분말의 합성은 일반적인 wet ball milling process를 사용하였으며, 하소후 어트리션 밀링법에 의해 0.3-0.5 μ m의 평균입도를 갖는 분말을 제조하였다. terpeneol를 기반으로 하는 vehicle을 제조하여, 이를 PZT-PCW 분말과 혼합, 분산하여 스크린 인쇄용 PZT-PCW paste를 제조하였다. 스크린 인쇄는 400# stainless steel 스크린 및 반자동 스크린 인쇄기를 이용하여 실시하였으며, 인쇄 및 건조과정을 반복하여 20 μ m의 두께를 구현하였다. 400~600 $^{\circ}$ C의 열처리에 의해 유기물을 제거하는 burn-out 과정을 실시하고, 이후에 PZT sol 용액을 함침하는 sol 처리 공정을 수회 실시한다. 최종적으로 800-850 $^{\circ}$ C의 온도범위에서 소결과정을 실시한다. 이러한 sol 처리 공정을 실시함으로써 더욱 치밀한 PZT 후막을 얻을 수 있다.

이러한 후막제조 기술을 성공적으로 적용하여 캔틸레버 및 마이크로펌프를 제작하였다. 소자의 제작공정은 4인치 Si wafer공정을 기본으로 하였으며, 이를 위한 공정용 mask를 설계, 제작하였다.

2.2. PZT-PCW 후막 구동형 캔틸레버

그림 1은 제작된 캔틸레버의 모습이다. 제작 공정은 다음과 같다. 먼저 etching mask 층이 형성된 4인치 Si <100> 기판을 사용하여, bulk etching에 의해 10~20 μ m 두께의 Si 멤브레인을 형성한다. 이는 TMAH 20% 용액을 이용한 비등방성 습식에칭법에 의해 실시하였다. 이후에 Lift-off 방법을 적용하여 하부 전극 패턴을 형성하며, 앞의 2.1.절의 방법에 의해 PZT-PCW 후막을 형성한다. 다시 그 위에 상부전극을 Lift-off 방법을 적용하여 형성한다. 하부전극은 Pt층을 d.c. magnetron sputtering법에 의해 증착하였으며, 상부전극은 하부전극과 마찬가지로 Pt를 d.c. magnetron sputtering법으로 증착하거나 Au를 thermal evaporator를 이용하여 증착하였다. 이후 마지막 공정으로 10~20 μ m 두께의 Si 멤브레인중에 캔틸레버가 형성될 이외의 부분을 RIE (Reactive Ion Etcher)를 이용하여 식각하여 소자를 완성하였다. 제조된 캔틸레버의 길이는 800 μ m에서 2450 μ m이며, 폭은 500 μ m에서 1650 μ m이다. 이후 측정을 위해 소자를 dicing 한다.

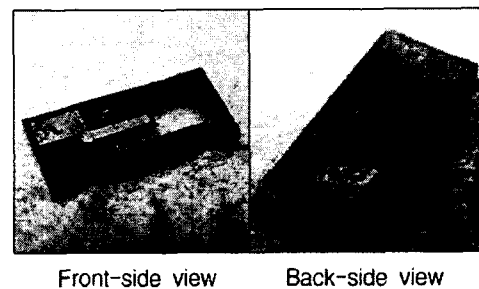


그림 1. PZT-PCW 후막 구동형 캔틸레버

캔틸레버 소자의 공진 주파수와 변위량은 레이저 미소 변위 측정시스템으로 측정하였다. 그리고 제조된 PZT-0.12PCW 후막 캔틸레버 소자의 흡착 무게에 따른 감도 측정을 위해 캔틸레버 후면에 두께를 변화시키며 Au를 증착한 후 공진주파수의 변화를 측정하였다. 단백질의 흡착으로 인한 미소 질량 추가와 동일한 효과를 나타내므로 손쉽게 감도를 분석할 수 있었다. 즉, Au가 증착되는 면적과 Au의 밀도로부터 증착된 Au의 질량을 추측할 수 있었으며 Au가 증착된 상태에

서 공진 주파수가 이동하는 정도를 측정함으로써 센서의 감도를 알 수 있다. gravimetric sensitivity는 다음과 같이 나타낸다[10].

$$\frac{\Delta f}{f_{res}} = S_m \Delta m \quad (1)$$

Δm : mass per unit area

$\Delta f = f_{loaded} - f_{res}$

S_m : gravimetric sensitivity factor

실제 바이오 칩 응용 환경은 액체중이라 예상되기에 캔틸레버 소자의 공진 특성과 감도는 공기중과 부도성 액체내에서 측정하여 액체내에서의 특성변화를 분석하였다.

2.3. PZT-PCW 후막 구동형 마이크로펌프

본 연구에서 채택·설계한 마이크로 펌프는 압전막 진동 멤브레인을 갖는 다이어프램형 펌프이며, diffuser를 채택한 valveless형이다. 그림 2는 펌프 구조를 나타내고 있다.

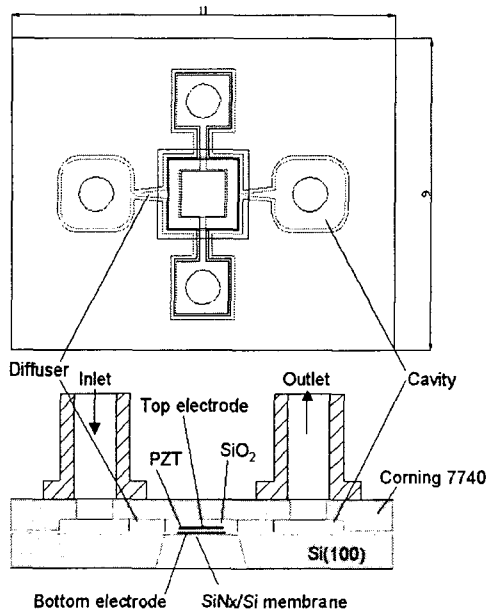


그림 2. 설계된 마이크로펌프의 구조
펌프의 구성은 압전막에 의해 Si 멤브레인이 진동하는 다이어프램, 다이어프램 진동에 의해 부피변화가 발생하는 chamber, 이 부피

변화에 의한 유량의 이동방향을 결정하는 2개의 diffuser, 그리고 유체의 유입 및 유출을 위한 inlet, outlet hole 및 reservoir로 이루어진다. 이러한 구조를 두 개의 판을 결합하여 구현되도록 설계하였다. 즉 한 개의 판은 Si 기판을 사용하여 PZT-0.12PCW 압전후막 구동 다이어프램으로 구성되며, 다른 쪽 판은 pylex glass wafer 또는 Si wafer를 사용하여 펌프 chamber, diffuser, reservoir 및 inlet, outlet hole 등의 구조를 갖는 fluid channel판이 되며, 최종적으로 두 개의 판을 접합하여 펌프를 구성하도록 설계하였다.

PZT-0.12PCW 후막 구동형 Si 다이어프램 제작 공정은 앞의 2.2.절에서 기술한 바와 같이 Si bulk machining과 스크린 인쇄법 및 sol 처리 복합공정을 적용하여 제작하였다.

Fluid channel판은 4"크기의 Pylex™ (Corning 7740) glass 및 SiNx/Si(100) wafer의 2가지 기판을 사용하여 건식 에칭법을 선택하여 제작하였다. 건식 에칭법으로 적용한 방법은 ICP(Ion Coupled Plasma) 및 DRIE (Reactive Ion Etching)이다.

두판을 접합, dicing하고, 유체의 출입을 원활히 하기 위한 tube connector 및 구동신호를 입력하기 위한 lead를 접합함으로써 펌프를 완성하게 된다. 그림 3은 완성된 펌프의 사진이다.

마이크로펌프 소자의 PZT-0.12PCW 후막 면적에 따른 공진 주파수, 변위량 및 펌핑유량을 측정했으며, 공기중 및 액체펌핑중의 특성변화를 분석하였다.

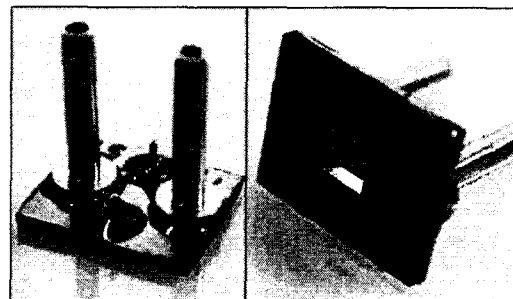


그림 3. PZT-PCW 후막 구동형 마이크로펌프

3. 실험결과

3.1. 캔틸레버의 특성

그림. 4는 PZT-0.12PCW의 폭 및 두께가 각각 $200\mu\text{m}$ 및 $20\mu\text{m}$ 이고, Si 캔틸레버 두께가 $11\mu\text{m}$ 인 소자의 캔틸레버 길이와 폭에 따른 제1차 공진주파수를 나타내고 있다. 캔틸레버의 공진 주파수는 길이의 제곱에 반비례하고 폭에는 비례하는 경향을 보여주고 있다.

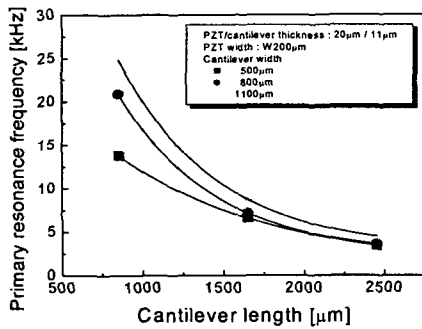


그림 4. 길이와 폭 변화에 따른 PZT-0.12PCW 캔틸레버 소자의 공진 주파수 변화

그림 5는 PZT-0.12PCW의 폭 및 두께가 각각 $400\mu\text{m}$ 및 $22\mu\text{m}$ 이고, Si 캔틸레버 폭 및 두께가 각각 $1100\mu\text{m}$ 및 $14\mu\text{m}$ 인 소자의 캔틸레버 두께에 따른 변위량을 1kHz의 구동주파수에서 인가 전압 변화에 대해 나타내고 있다. 인가전압이 증가할수록 그리고 캔틸레버 길이가 증가할수록 변위량은 증가함을 보여주고 있다.

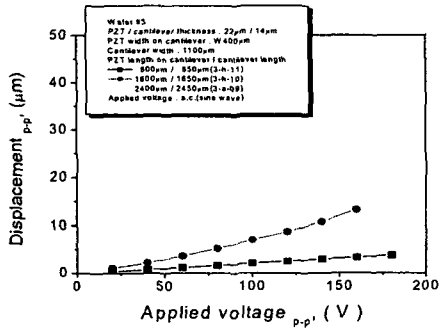
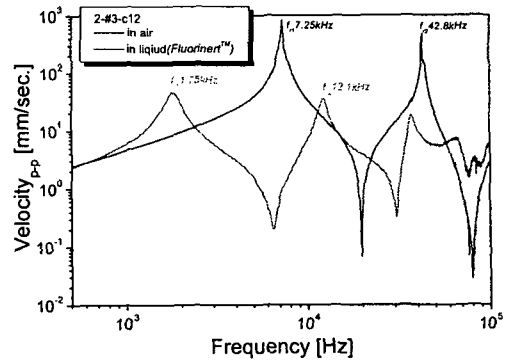
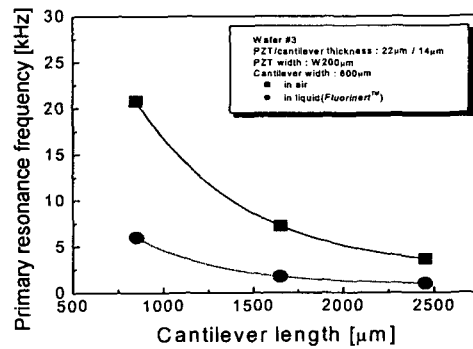


그림 5. 인가전압에 따른 캔틸레버의 변위량



(a) $1650\mu\text{m}(L)\times 800\mu\text{m}(W)$ 캔틸레버의 매질에 따른 공진특성 변화



(b) 매질에 따른 캔틸레버 길이별 공진주파수

그림 6. PZT-0.12PCW 압전 후막 캔틸레버 소자의 매질에 따른 공진 주파수 변화

PZT-0.12PCW 후막 캔틸레버 소자를 바이오 칩에 응용하는 경우 사용환경은 액체중이라 예상되기에 액체내에서의 캔틸레버의 공진 특성 분석이 필수적이다. 그림 6은 캔틸레버의 폭이 $800\mu\text{m}$ 인 소자의 공진특성을 공기중과 액체 내에서의 측정된 결과이다. 이때 사용한 액체는 3M사의 Fluorinert이다. 그림 6의 (a)는 캔틸레버의 길이가 $1650\mu\text{m}$ 인 소자에 대해 구동주파수를 변화하며, 캔틸레버 진동속도를 측정된 결과이다. 공기중에 비해 액체내에서는 공진주파수가 낮은 주파수로 shift 되며, 이때 변위속도(또는 변위량) 또한 매우 낮아짐을 알 수 있다. 그림 6의 (b)는 캔틸레버의 길이에 대해 공기중 및 액체중에서의 제1차 공진주파수의 변화를 측정된 결과이다. 액체내에서는 viscous damping effect로 인해 공진 주파수가 공기중에서 보

다 1/4-1/3 정도로 감소함을 알 수 있다.

PZT-0.12PCW 후막 구동형 캔틸레버 소자의 흡착 무게에 따른 감도 측정을 위해 캔틸레버 후면에 Au를 증착하여 10ng-1μg의 무게 변화를 준 후 공진특성을 관찰하였다. 측정된 공진주파수와 식 (1)으로부터 감도를 계산할 수 있었다. 그림 7은 캔틸레버의 길이 및 폭이 각각 850μm 및 800μm인 소자에 대해 Au mass loading 양에 따른 공진 주파수 변화 정도를 나타내고 있다. loading 되는 Au의 무게가 증가할수록 캔틸레버의 공진주파수는 낮은 쪽으로 이동하였으며, 식 (1)으로부터 흡착무게의 변화 및 이에 따른 공진주파수의 변화는 서로 선형적인 관계에 있다. 그림 7은 대략적으로 이러한 선형성이 나타나고 있음을 보여주고 있다.

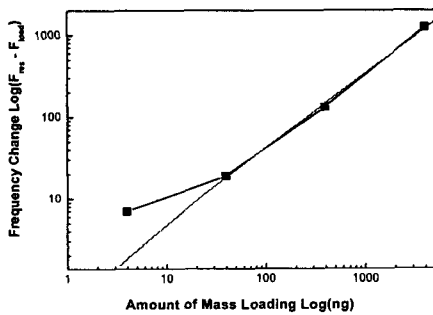


그림 7. 850μm(L)X800μm(W) 캔틸레버의 mass loading에 따른 공진 주파수 변화

계산된 감도는 161.9cm²/g 이었으며, 액체 중에서는 감도가 99.6cm²/g로 감소함을 관찰하였다. Bulk wave resonator, Surface wave device, Acoustic plate-mode device, Flexural plate wave device 등이 바이오칩에 응용하기 위해 연구되고 있는데 이들 소자의 감도는 10-90 정도로 보고되고 있으며, 작동 주파수가 MHz 범위에 있다. 반면에 본 연구에서 제시하는 PZT-0.12PCW 후막 캔틸레버 소자는 이와 달리 비교적 높은 감도와 kHz 범위의 낮은 작동 주파수를 가짐으로써 바이오칩으로 응용하는데 상기 언급한 소자들에 비해 많은 장점을 가진다. 또한 박막의 경우와 달리 후막의 경우 응력, 결합

등에 의한 전기적 특성의 손실도 거의 없으므로 우수한 특성을 가지는 MEMS 소자의 제조가 가능하리라 판단된다.

3.2. 마이크로 펌프의 특성

그림 8은 PZT-0.12PCW막의 면적에 따른 공진주파수를 구동전압 50V에 대해 Fluorinert 액체를 주입 전후로 비교한 결과이다. 펌프의 Si 멤브레인 면적이 2mm×2mm로 동일한 상태에서 PZT-0.12PCW막의 면적을 변화하는 경우, 액체의 주입 여부에 상관없이 PZT-0.12PCW막의 면적이 증가할수록 공진주파수는 증가하고 있음을 관찰할 수 있으며, 액체 주입에 따른 공진주파수의 shift 정도는 PZT-0.12PCW막의 면적이 작을수록 커짐을 나타내고 있다.

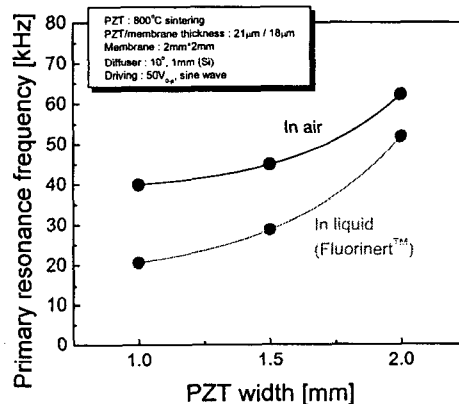


그림 8. 공기중 및 액체 주입후 마이크로 펌프 actuator의 PZT-0.12PCW 면적에 따른 제1차 공진주파수 변화.

펌프를 다이아아프램의 공진주파수로 구동하고, 이때의 수직변위량을 구동전압에 대해 측정하였으며, 그 결과는 그림 9와 같다. 액체의 주입 여부에 관계없이 구동전압이 증가하면 수직변위량은 모두 증가하고 있다. 공기중에서 구동하는 경우 PZT-0.12PCW막의 면적이 1mm×1mm인 다이아아프램이 최대 변위량을 보이고 있으며, PZT-0.12PCW막의 면적이 넓어질수록 변위량이 작아지는 경향을 보이고 있다. 반면에 액체를 주입하는 경우, 전체적으로 변위량은 크게 줄어들고 PZT-0.12PCW막의 면적이 1.5mm×1.5mm인

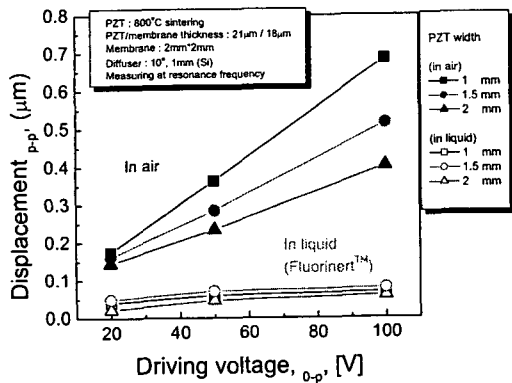


그림 9. 공기중 및 액체 주입후 마이크로 펌프 actuator의 PZT-0.12PCW 면적 및 구동전압에 따른 제1차 공진주파수에서의 변위량 변화.

다이아프램이 최대 변위량을 보이고 있다. 이는 PZT-0.12PCW의 변형력과 두께가 상대적으로 얇은 Si 멤브레인 margin과의 상관 관계로 보인다. 즉, 공기중의 경우, 다이아프램중에 PZT-0.12PCW막의 면적이 좁아지면서 두께가 얇은 Si 멤브레인 margin의 면적이 커져, 큰 변위를 일으키며, 반대로 PZT-0.12PCW막의 면적이 넓어지면서 두께가 얇은 Si membrane의 면적이 작아지고 전체적으로 다이아프램의 두께가 두꺼워져 작은 변위를 일으키는 것으로 판단된다. 액체를 주입하는 경우, 액체에 의한 damping 효과가 커지면서 Si 멤브레인 margin의 영향보다는 PZT-0.12PCW의 변형력이 우세한 영향을 미치게 되었다고 판단된다.

표 1은 펌핑유량을 측정된 결과를 나타내고 있다. 최대 변위량을 보이고 있는 면적이 1.5mm×1.5mm인 PZT-0.12PCW막을 가지고 있는 펌프가 최대 유량을 보이고 있다.

표 1. 마이크로 펌프의 특성(series 5)

| Pump ID | Membrane (18μmT) | PZT-PCW (22μmT) | Driving | | Dis. (μm) | Mean Flow (μl/m) |
|---------|------------------|-----------------|-------------|--------------------------|-----------|------------------|
| | | | Freq. (kHz) | Volt (V _{rms}) | | |
| 51 | 2×2mm | 1×1mm | 20.63 | 50 | 0.060 | 3.9 |
| 52 | 2×2mm | 1.5×1.5mm | 28.75 | 50 | 0.071 | 5.3 |
| 53 | 2×2mm | 2×2mm | 51.89 | 50 | 0.047 | 2.5 |

4. 결론

마이크로 바이오칩용 미세 무게감지 소자 및 마이크로 펌프 제작하기 위해 통상적인 MEMS 공정에 본 연구진이 개발한 스크린 인쇄법 및 sol 처리공정의 복합공정에 의한 PZT 압전후막 제조공정을 성공적으로 적용할 수 있었다. 이 방법은 기존의 후막 제조 방법이 가지는 단점을 극복하면서 800-850℃의 비교적 저온에서 후막을 소결하면서도 벌크에 상응하는 특성을 가지는 PZT 후막을 MEMS 소자에 구현할 수 있는 장점을 가지며, 일반적인 MEMS 공정과의 정합성도 우수함을 알 수 있었다.

제조된 PZT-0.12PCW 후막 구동형 캔틸레버 소자의 공기중 및 액체중에서의 공진 특성, 그리고 흡착 Au의 무게 변화에 대한 감도를 분석함으로써 바이오칩으로의 응용 가능성에 대해 논의하였다.

또한 diffuser형 마이크로 펌프를 제작하여 펌프구조, 펌핑 매질에 따른 특성을 도출하였다. PZT 구동 마이크로 펌프는 diffuser형 펌프를 채택하여 PZT-0.12PCW 후막 구동형 Si 다이아프램의 판과 pylex glass wafer 또는 Si wafer를 사용하여 펌프 chamber, diffuser, reservoir 및 inlet, outlet hole 등의 구조를 갖는 fluid channel판을 각각 별도로 제작하고, 최종적으로 두 개의 판을 접합, assembly를 함으로서 펌프를 완성하였다. 펌프의 특성은 펌핑매질, 펌프구조에 의해 특성이 좌우됨을 확인할 수 있었다.

참고문헌

- [1]. B. Morten, G. D. Cicco and M. Prudenziati, "Resonant Pressure Sensor Based on Piezoelectric Properties." *Sensors and Actuators A*, **31**, pp.153-158, 1992.
- [2]. S. P. Beeby, A. Blackburn and N. M. White, "Processing of PZT Piezoelectric Thick Films on Silicon for Micromechanical Systems," *J. Micromech Microeng.*, **9**, pp.218-229, 1999.
- [3]. K. Yao and W. Zhu, "Improved Preparation Procedure and Properties for a Multilayer Piezoelectric Thick-film Actuator," *Sensors and Actuators A*, **71**, pp.139-143, 1998.

- [4]. D. A. Barrow, T. E. Petroff and M. Sayer, "Thick Ceramic Coatings Using a Sol Gel Based Ceramic 0-3 Composite," *Surface and Coatings Technology*, **76-77**, pp.113-118, 1995.
- [5]. R. Mass, M. Koch, N. R. Harris, N. M. White and A. G. R. Evans, "Thick-film Printing of PZT onto Silicon," *Materials Letters*, **31**, pp.109-112, 1997.
- [6]. C. Lucat, F. Menil and R. V. D. Muhll, "Thick-film densification for pyroelectric sensors," *Meas. Sci. Technol.*, **8**, pp.38-41, 1997.
- [7] Y.B. Kim, T.S. Kim, K.S. Choi, D.J. Choi and H.J. Jung, "Densification Method of Screen Printed PZT(52/48) Thick Films", *Integrated Ferroelectric*, **35**, pp. 199-208, 2001
- [8] 김용범, 최두진, 윤석진, 정형진, 김태송, "스크린 인쇄법에 의한 PZT(52/48) 압전후막의 제조", *한국 세라믹 학회지*, **38**, No. 8, pp. 724-731, 2001
- [9] Y.B. Kim, H.J. Kim, C.I. Cheon, D.J. Choi, and T.S. Kim, "Electrical Properties of 3-component Piezoelectric Thick Films by Screen Printing Method", *Integrated Ferroelectrics Journal*, To be printed
- [10] Seung S. Lee and R. M. White, "Self-excited Piezoelectric Cantilever Oscillators", *Sensors and Actuators A* **52**, pp. 41-45, 1996.