

PZT 후막 캔틸레버를 이용한 바이오칩용 미세 무게 감지 소자

김형준, 김용범, 최기용, 강지윤, 김태송
서울 성북구 하월곡동 39-1 한국과학기술연구원 마이크로시스템연구센터

Micro Mass detection devices for Bio-Chip based on PZT Thick Film Cantilever

Hyung Joon Kim, Yong-Bum Kim, Ki-Yong Choi, Ji-Yoon Kang, and Tae Song Kim

Abstract - 마이크로 바이오칩용 미세 무게 감지 소자를 개발하기 위해 통상적인 MEMS 공정에 PZT sol solution을 합침하여 binder로서 적용하는 복합적인 스크린 인쇄 방법을 적용해 800-850°C의 비교적 저온에서 높은 소결밀도와 우수한 전기적인 특성을 가지는 PZT-0.12PCW 후막 구동형 캔틸레버 소자를 Pt/TiO₂/YSZ/SiO₂/Si 기판에 제조하였다. 제조된 PZT-0.12PCW 후막 구동형 캔틸레버 소자의 공진 주파수와 변위를 레이저 미소 변위 측정 시스템을 이용하여 공기 중 및 액체 중에서 측정함으로써 캔틸레버 크기에 따른 공진 특성 변화, 액체 내에서의 댐핑 효과 등을 분석할 수 있었다. 또한 Au를 증착하거나 biotin-streptoavidin 반응을 통해 단백질을 고정화시켜 무게변화를 야기시킨 후 소자의 감도를 평가함으로써 PZT-0.12PCW 후막 구동형 캔틸레버를 우수한 성능의 바이오칩용 미세 무게 감지 소자로 응용할 수 있음을 알 수 있었다.

Pt/TiO₂/YSZ/SiO₂/Si 기판에 제조하고⁶ MEMS 공정을 이용하여 바이오칩 응용을 위한 압전 캔틸레버형 미세 무게감지 소자를 제작하였다. PZT-0.12PCW 후막 캔틸레버형 미세 무게 감지 소자를 바이오 칩에 응용하는 경우 소자의 작동환경은 대부분의 경우 액체 중이므로⁷ 액체 내에서 캔틸레버의 공진 특성 분석이 필수적으로 이루어져야한다. 소자의 작동환경을 액체 중으로 설정하고 특성을 분석할 경우 외기 변화에 의해 액체 표면이 불안정해짐으로써 캔틸레버 소자의 진동 속도 및 변위량 측정시 노이즈가 증가하거나 액체의 증발로 인한 액체량이 변화하여 측정 결과의 재연성이 떨어지는 문제점을 있다. 이는 추후 PZT-0.12PCW 후막 캔틸레버형 미세 무게 감지 소자를 이용해 Lab-on-a-chip을 구현할 경우에 있어 해결해야할 문제점이다. 따라서 본 연구진에서는 액체의 양을 항상 일정하게 유지시키면서 세척 및 세척 후 다른 종류의 매질 주입이 가능한 microfluidic channel 결합형 측정 시스템을 제작함으로써 상기의 문제점들을 해결하였다. 그림 1은 액체 내에서 캔틸레버 소자의 거동을 분석할 수 있는 측정 시스템을 보여준다.

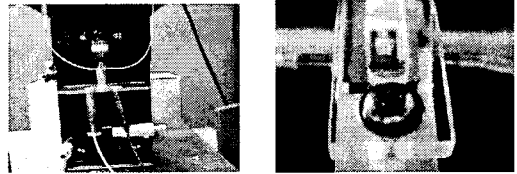
1. 서 론

스크린 인쇄법은 두꺼운 PZT 막을 쉽게 제조할 수 있을 뿐만 아니라 MEMS 공정에서 일반적으로 사용되고 있는 사진,식각 공정 없이 미세 소자 및 미세 소자 어레이를 제조할 수 있는 큰 장점을 가진다. 하지만 스크린 인쇄법으로 제조한 PZT 압전 후막은 고온의 열처리 공정 이후에도 치밀화 정도가 낮고 치밀화 향상을 위해 소결 온도를 높이면 Si-base 기판과 PZT 후막 간의 반응이 일어나는 문제점을 가지고 있다¹⁻². 이와 같은 문제점 해결을 위해서는 PZT paste에 글래스와 같은 바인더를 첨가해 소결온도를 낮추어야 하는데 글래스는 낮은 유전상수를 가지는 물질이므로 PZT 후막의 유전 및 압전 특성이 저하되는 문제점을 야기한다³. 따라서 본 논문에서는 스크린 인쇄법과 솔-젤 코팅법⁴의 복합 제조 공정 및 첨가제 사용을 통해 우수한 특성을 가지는 PZT 압전 후막을 저온 소결로 제조할 수 있는 방법을 제시하였다. 더불어 이를 단백질 검출을 위한 압전 캔틸레버 소자에 응용하기 위해 캔틸레버의 치수, 작동환경에 따른 기본적인 공진 특성과 소자의 감도를 분석하였으며, d-biotin과 streptavidin 간의 결합⁵에 의한 미세 무게 변화를 성공적으로 감지하였다.

2. 본 론

2.1 PZT-0.12PCW 후막 캔틸레버형 미세 무게 감지 소자의 제조와 액체 내 거동 분석 시스템

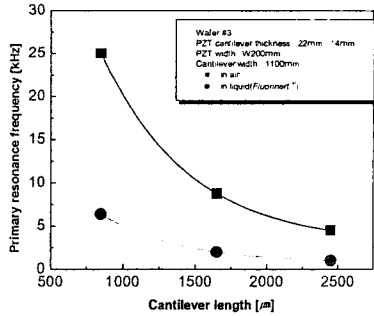
저온 소성용 PZT 조성을 개발해 기판과 PZT 후막과의 반응을 최소화 시키고 통상의 스크린 인쇄법과 더불어 PZT sol solution을 합침하여 binder로서 적용하는 복합적인 스크린 인쇄 방법으로 높은 소결밀도와 우수한 전기적인 특성을 가지는 PZT(52/48) 후막을



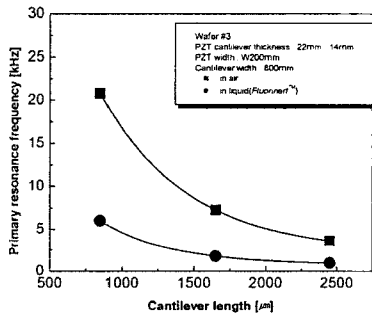
(a) Full system (b) Focused view
그림 1. 액체 내 공진 특성 측정용 시스템

2.2 PZT-0.12PCW 후막 캔틸레버형 미세 무게 감지 소자의 액체 내 공진 특성 및 감도

제조된 PZT-0.12PCW 후막 캔틸레버 소자의 공진 주파수와 변위량은 레이저 미소 변위 측정시스템을 이용하여 측정하였다. 그림 2는 소자의 치수와 작동환경의 매질에 따른 1차 공진 주파수의 변화를 나타낸다. PZT-0.12PCW 후막 캔틸레버 소자의 길이와 폭에 따른 1차 공진 주파수를 분석한 결과 캔틸레버의 공진 주파수는 길이의 제곱에 반비례하고 폭에는 비례하는 경향을 나타내는 것을 알 수 있었다. 그림 3은 PZT 후막 구동형 캔틸레버 소자의 작동환경의 매질에 따른 공진 특성 변화를 나타낸다. 2.1에서 언급한 측정 시스템을 이용함으로써 외기의 영향을 차단해 액체내에서도 신뢰성 높은 측정결과를 얻을 수 있었다. 공기 중에 비해 액체 내에서는 공진 주파수가 낮아지며 진폭의 세기 또한 감소함을 알 수 있다. 이는 액체 내에서의 viscous damping effect에 기인한다.



(a) 1100 μm width cantilever



(b) 800 μm width cantilever

그림 2. 치수와 작동환경의 매질에 따른 1차 공진주파수 변화.

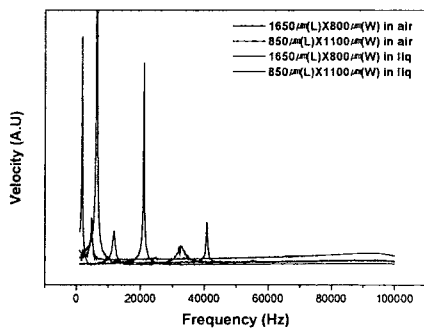
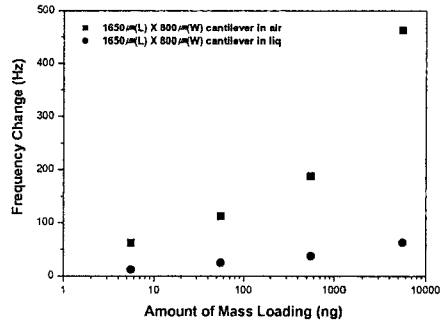


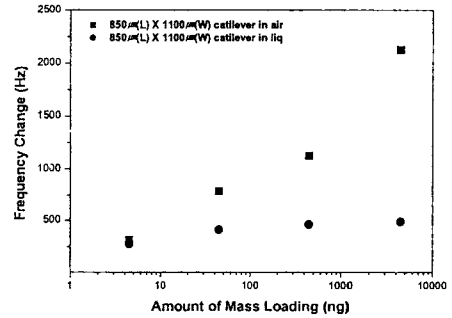
그림 3. 작동환경의 매질에 따른 PZT 후막 구동형 캔틸레버의 공진특성.

PZT-0.12PCW 후막 구동형 캔틸레버 소자의 감도를 평가하기 위해 캔틸레버의 후면에 Au를 증착하여 4ng-5 μg 의 무게 변화를 야기 시킨 후 공진 특성을 분석하였다. 그림 4는 Au mass loading 양에 따른 공진 주파수 변화량을 나타낸다. 증착되는 Au의 양이 증가할수록 공진 주파수는 낮은 쪽으로 이동하였다. 후막 캔틸레버의 경우 증착된 Au의 무게 증가에 따른 스프링 계수의 변화로 야기되는 공진주파수의 증가량이 무시할 정

도이므로 이는 순수한 mass loading effect로 판단된다. 이로부터 PZT 후막 구동형 캔틸레버 소자가 바이오 칩용 미세 무게 감지에 유리함을 검증해 주는 결과이다.



(a) 1650 μm (L)X800 μm (W) cantilever



(b) 850 μm (L)X1100 μm (W) cantilever

그림 4. Au 무게변화에 따른 공진 주파수 변화.

그림 4에서 알 수 있듯이 동일한 정도의 무게 변화에 대해서 길이가 짧은 후막 캔틸레버 소자의 공진 주파수 변화량이 컸다. 즉, 후막 구동형 캔틸레버 소자의 감도는 길이에 반비례하였다. 또한 액체내에서는 viscous damping 효과로 인해 감도가 떨어지는 것을 쉽게 알 수 있다.

2.3 Biotin-Streptavidin 결합 감지

PZT 후막 구동형 캔틸레버에 단백질을 고정화시키기 위해 Alkane 체인과 thiol(-SH) 그룹이 self-assembling 되는 특성을 이용하였다. 제조된 캔틸레버 소자의 뒷면에 Au를 증착한 후 biotin을 부착시킨 후 streptavidin과의 반응 시간에 따른 공진 주파수의 변화를 살펴보고 그림 5에 그 결과를 나타내었다. 1 μg /ml 농도의 Streptavidin이 사용되었으며, 반응시간과 공진주파수 변화간에 우수한 선형성을 나타내었다. 길이가 850 μm 인 PZT 후막 캔틸레버가 길이 1650 μm 의 경우보다 biotin-streptavidin 반응에 더 민감한 공진 주파수 변화를 나타냄으로써 2.2에서 언급한 Au 증착 실험 결과와 일치함을 알 수 있었다. 형광 표식자로는 FITC(Fluorescein Isothiocyanate)를 사용하였고, biotin-streptavidin conjugation 여부를 확인하기 위해 형광 스캐너를 이용하여 이미지를 촬영하였다. 그림 6에 나타난 형광 이미지를 통하여 실험 오차로 작용하

는 비특이적 반응(non-specific binding)은 관찰되지 않았으며 의도한 대로 캔틸레버 소자의 뒷면에만 streptavidin이 고정화되었음을 확인할 수 있었다.

(감사의 글)

본 연구는 과학기술부 21세기 프론티어 연구개발사업인 지능형마이크로시스템개발사업(<http://www.microsystem.re.kr>)의 연구비 지원을 받아 수행되었음; 과제협약번호 MS-01-133-01.

(참고 문헌)

- [1] H.D. Chen, K.R. Udayakumar, L.E. Cross, J.J. Bernstein and L. C. Niles. "Dielectric, Ferroelectric, and Piezoelectric Properties of Lead Zirconate Titanate Thick Films on Silicon Substrate", *J. Appl. Phys.*, **77**, No. 7, pp. 3349-3353, 1995
- [2] S.P. Beeby, A. Blackburn and N.M. White. "Processing of PZT Piezoelectric Thick Films on Silicon for Micromechanical Systems", *J. Microtech. Microeng.*, **9**, pp.218-229, 1999
- [3] T. Kubota, K. Tanaka and Y. Sakabe, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **38**, pp. 5535-5538, 1999.
- [4] Y.L. Tu and S.L. Milne, "Processing & Characterization of PZT Films, up to 10m Thick, Produced from a Diol Sol-Gel Route", *J. Mater. Res.*, **11**, pp.2556-2564, 1996
- [5] R. Bashir, R. Gomez, A. Sarikaya, M. Ladish, J. Sturgis, and J. P. Robinson. "Adsorption of Avidin on Microfabricated Surfaces for protein Biochip Applications.", *Biotechnology & Bioengineering*, **73**, pp. 324-328, 2001.
- [6] 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
- [7] Roberto Raiteri, Massimo Grattarola, Hans-Jurgen Butt, and Petr Skladal, "Micromechanical Cantilever-based Biosensors.", *Sensors and Actuators B* **79**, pp. 115-126, 2001.

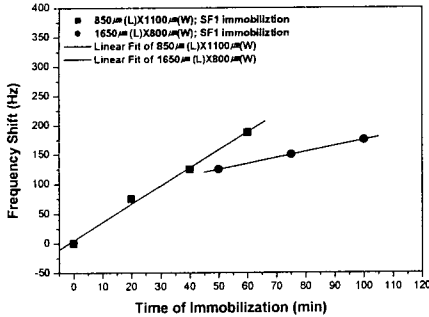
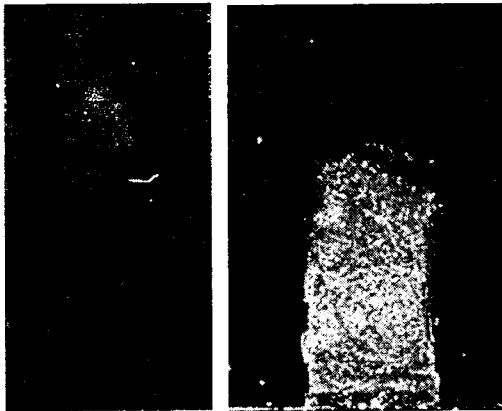


그림 5. Streptavidin-FITC 고정화 처리 시간에 따른 공진 주파수 변화.



(a) Front side (b) Back side

그림 6. 캔틸레버 표면의 형광 이미지.

3. 결 론

Bulk-wave resonator, Surface-wave device, Flexural plate wave device 등이 바이오칩에 응용하기 위해 연구되고 있는데 이들 소자의 작동 주파수는 MHz 범위에 있다. PZT-0.12PCW 후막 캔틸레버 소자는 kHz 범위의 낮은 작동 주파수를 가짐으로써 바이오칩으로 응용하는데 상기 언급한 소자들에 비해 많은 장점을 가진다. 또한 박막의 경우와 달리 응력, 결함 등에 의한 전기적 특성의 손실도 거의 없으므로 우수한 특성을 가지는 MEMS 소자의 제조가 가능할 것으로 판단된다. 더불어 microfluidic channel 결합형 측정 시스템을 제작하여 PZT-0.12PCW 후막 구동형 캔틸레버 소자의 액체 내에서의 거동을 분석함으로써 이를 바이오칩에 응용하기 위해 필요한 기초 결과를 얻을 수 있었다. 최종적으로 biotin-streptavidin conjugation 반응시 나타나는 미세 무게 변화를 제조된 PZT 후막 구동형 캔틸레버 소자를 이용하여 성공적으로 감지함으로써 PZT 후막 구동형 마이크로 캔틸레버 소자의 바이오칩으로서의 응용 가능성을 제시하였다.