

PZT 마이크로 캔틸레버를 이용한 생체 물질 무게 감지 소자의 제작 및 분석

이정훈, 황교선, 강지윤, 김상호, 안세영, 김태송
한국과학기술연구원, (주)솔코바이오메디칼

Fabrication and characterization of Biological mass detecting system using PZT microcantilever

Jeong-hoon Lee, Kyo-seon Hwang, Ji-yoon Kang, Sang-ho Kim, Se-young Ahn, Tae-song Kim
Korea Institute of Science and Technology, Solco biomedical Co.

Abstract - MEMS 공정을 이용하여 SiN_x를 지지층으로 한 SiO₂/Ta/Pt/PZT/Pt 의 박막 구조를 가지는 마이크로 캔틸레버를 제작하였다. 캔틸레버의 전기기계적 특성을 LDV (레이저 미소 변위 측정기)를 이용하여 측정하였으며, 이를 통해 전기기계적 거동을 분석하였다. 또한 무게 감지소자로서의 응용을 위해 Au의 증착을 통한 감도를 측정하였으며, streptavidin의 무게를 감지하기 위해 immobilization 공정을 거쳐 thiol 그룹 및 biotin을 표면에 고정화 시킨후 biotin-streptavidin 결합에 의한 전기기계적 신호 분석을 통해 생체 물질의 무게 감지 소자의 응용을 평가하였다.

1. 서 론

압전 물질을 이용한 여러 소자를 이용한 각종 센서 및 액추에이터에 대한 연구가 활발히 진행중이다.[1-2] 압전 물질을 이용한 소자의 경우 압전 물질에 전압 인가시 변형을 일으키는 역압전 효과를 이용하는 액추에이터로서 마이크로 펌프, 잉크젯 프린터 헤드, 마이크로 포지셔너 등이 있으며, 압전물질의 변위 또는 변형을 통한 전기적인 신호를 감지하는 정압전 특성을 이용하는 센서로서 압력, 진동, force 센서등이 있다.[3] 특히 정압전 특성을 이용하여 화학 센서 및 바이오센서로서의 응용뿐만 아니라 μ-TAS (Micro total analysis system) 에 응용하고자 하는 연구가 최근 들어 활발히 진행중 이다. POC(point-of-care)개념의 센서 제작에 있어서의 압전물질 중 PZT 물질을 기반으로한 소자의 경우 높은 에너지 밀도, 큰 힘 및 토크 뿐만 아니라 빠른 응답속도를 갖는 장점이 있으며[4], 특히 높은 감도를 갖는 장점이 있다. 이러한 압전 물질을 이용하여 MEMS 공정을 통한 마이크로 캔틸레버를 제작하는 경우 매우 작은 크기의 소자로 높은 감도를 얻을 수 있다는 특성을 가지고 있어 생체 물질 정량 분석 및 화학적 센서로서의 응용이 기대된다. 본 연구에서는 PZT(52/48)기능성 압전 막을 사용하여 마이크로 머시닝 법을 이용하여 캔틸레버를 제작한 후 캔틸레버의 표면에 생체 물질을 immobilization 시킨 후의 압전 캔틸레버의 공진 특성을 측정함으로써 생체 물질 무게 감지 소자로서의 가능성을 조사하였다.

2. 본 론

2.1 PZT 마이크로 캔틸레버의 제작

기능성 압전막인 PZT(52/48) 박막은 한번에 두꺼운 막증착이 가능한 다이올 용매를 사용하여 Si/SiN_x/SiO₂/Ta/Pt 기판위에 스펀 코팅법으로 제조하였다.[5] 이러한 압전막 및 마이크로 캔틸레버의 제작을 위해 마이크로 머시닝법을 사용하였으며, 각각의 공정은 다음과 같다. 우선 4 인치 (100) 실리콘 웨이퍼에 저용력 SiN_x 막을 증착한 후, 그 위에 SiO₂ 막을 PECVD 공정을 이용하여 2000Å 증착하였다. 압전 물질의 capacitor 구조의 하부 전극으로서 Pt를 DC sputtering 법을 사용하여 Ta/Pt (300/1500 Å)를 증착한 후, PZT(52/48)를 스펀 코팅하여 1.2 μm 증착하였다.

MFM(metal-ferroelectric-metal)구조를 위한 상부전극을 마찬가지로 DC sputtering 법을 이용하여 Pt를 1000Å 증착하였다. 증착된 막은 RIE(reactive ion etching) 식각 공정을 이용한 Pt 전극 및 SiN_x window 패터닝, wet chemical etching을 이용한 실리콘 벌크 식각, ICP를 이용한 PZT 식각, 그리고 evaporator 및 lift-off 공정을 이용한 Au/Cr electrical PAD 증착 공정을 통해 마이크로 캔틸레버로 제작되었다. 제작된 PZT 마이크로 캔틸레버 에레이 및 단위 캔틸레버의 단면 모식도를 그림 1에 나타내었다.

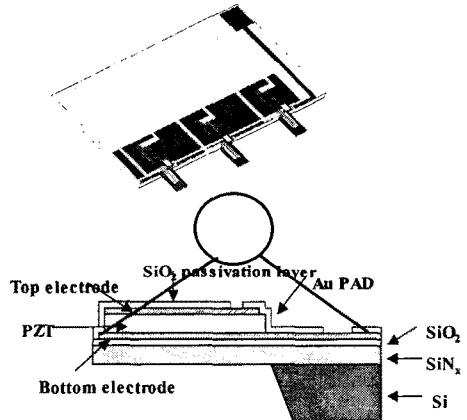


그림1 제작된 PZT 마이크로 캔틸레버 에레이 및 단위 캔틸레버의 단면 모식도.

2.2 PZT 마이크로 캔틸레버의 공진 특성

100x200 μm (폭x길이)의 크기를 갖는 캔틸레버 array 소자를 제작 한 후, 제작된 소자의 공진 특성을 그림 2에 나타내었다. 3개의 에레이를 갖는 캔틸레버 중 하나는 레퍼런스 캔틸레버로 Au가 증착되지 않은 캔틸레버였으며, 나머지 두 개의 캔틸레버의 경우 Cr/Au를 300Å 및 1500Å 증착한 캔틸레버이다. 본 실험에서 Au를 증착한 캔틸레버 및 증착하지 않은 캔틸레버의 공진 주파수의 변화를 통해 sensitivity를 유추 할 수 있었다. Au/Cr을 증착한 캔틸레버 및 증착하지 않은 캔틸레버의 공진 주파수는 각각 31.750 및 29.750kHz였으며 2000 Hz의 공진 주파수 감소가 관찰되었다, Cr/Au의 증착으로 인한 stiffness 변화가 없다는 가정하에, 100x200 μm의 캔틸레버의 80% 면적에 Cr/Au를 증착하였으며, 이론적으로 Cr/Au의 밀도로부터 구한 증착된 박막의 무게를 구한 결과 49.5 ng 의 무게가 증착됨을 알 수 있었다.

위의 결과로부터 주파수 1Hz의 변화가 감지하는 무게의 양이 0.025 ng임을 유추할 수 있었다.

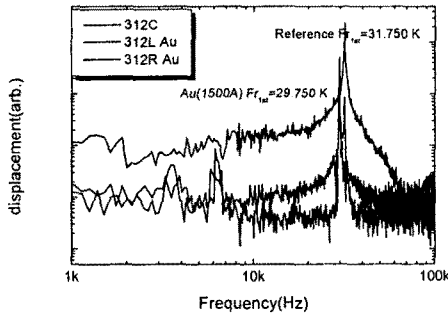


그림2 제작된 PZT 마이크로 캔틸레버 에레이의 공진 특성

2.3 biotin-streptavidin immobilization 공정 및 공진 특성의 변화

캔틸레버 뒷면이 SiN_x인 캔틸레버 앞면에 각각 Au 및 SiO₂가 증착된 시편을 이용하여 immobilization 공정을 시행하였다. 캔틸레버 표면에 생체 물질을 탑재시키기 위해 pirana 처리를 10분 거친후 DDS (SiCl₂(CH₃)₂) 처리를 통해 hydrophobic 표면 형성 후 SAM(self assembled monolayer)로서 thiol 그룹을 형성 시켰으며, 여기에 d biotin을 immobilization 시키는 공정을 거쳤다. 이렇게 형성된 d biotin 표면에 streptavidin의 시간에 따른 결합특성을 측정하기 위하여 streptavidin-FITC의 시간 변화에 따른 공진 특성의 변화를 관찰하였다.

SiN_x/Au(앞면/뒷면) 및 SiN_x/SiO₂에 d biotin을 고정화 시킨 후 streptavidin의 반응 시간에 따른 결합 특성을 표 1에 나타내었다. 이때의 streptavidin의 농도는 1 μg/ml였으며, d biotin 까지 결합한 공진 주파수를 레퍼런스로 하여 streptavidin 10분 및 50분을 반응시킨 후의 공진 주파수의 변화를 각각 측정하였다. SiN_x/SiO₂ 표면을 갖는 캔틸레버의 경우 10분 후의 공진 주파수의 12Hz 감소하였으며, 50분이 경과한 후에는 74Hz 감소하였다. 한편 SiN_x/Au를 표면으로 갖는 캔틸레버의 경우 반응이 10분 경과후 150 Hz의 공진 주파수의 변화를 가져왔으나, 50분 경과 후에는 25 Hz의 공진 주파수 증가를 가져왔다. 50분 경과후의 공진 주파수 증가는 non-fresh Au의 사용에 의한 non-specific binding의 결과 때문으로 사료된다. Streptavidin의 biotin에의 결합시 캔틸레버의 stiffness 변화가 없다고 가정하였을때 Au 증착에 따른 결과로부터 SiN_x/SiO₂ 및 SiN_x/Au의 표면을 갖는 캔틸레버에 있어서 공진 주파수 변화 74 Hz 및 125 Hz 감소는 각각 1.85 ng 및 3.125 ng의 streptavidin 이 고정화 됨을 유추 할 수 있었다.

Test	Ref(Hz)	10min Δf(Hz)	50min Δf(Hz)
1ug/ml SiO ₂ /SiN _x	31625	12	74
1ug/ml Au/SiN _x	29487	150	125

표 1 Biotin-streptavidin 반응 시간 및 생체 물질 탑재 표면에 따른 공진 특성 변화.

3. 결 론

생체 물질 무게 감지 소자의 응용을 위해 기능성 압전 막인 PZT(52/48) 물질을 사용하여 마이크로 캔틸레버를 제작하였으며 이의 공진 특성 및 전기기계적 특성을 고찰하였다. PZT 캔틸레버의 표면에의 생체 분자 탑재를 위해 캔틸레버 표면이 각각 SiN_x/SiO₂ 및 SiN_x/Au인 캔틸레버를 사용하였으며 각각의 캔틸레버에 thiol을 통한 SAM 처리 후 streptavidin 감지를 위해 d biotin을 결합 시켰다. 이러한 캔틸레버 공진기의 표면에 streptavidin을 반응시켜 결합 특성을 알아본 결과 50분 반응 후 각각 62 Hz 및 125 Hz의 공진 주파수의 감소가 관찰되었다. Cr/Au 증착을 통한 공진 특성 결과로부터 표면이 각각 SiN_x/SiO₂ 및 SiN_x/Au인 캔틸레버의 공진 주파수 변화 74 Hz 및 125 Hz 감소가 각각 1.85 ng 및 3.125 ng의 streptavidin의 고정화를 통한 신호임을 유추 할 수 있었다.

[감사의 글]

본 연구는 과학기술부 21세기 프론티어 연구개발사업인 지능형마이크로시스템개발사업의 연구비 지원을 받아 수행되었으며 (과제협약번호 MS-01-133-01) 이에 감사드립니다.

[참고 문헌]

- [1] Kevin Y. Yasumura, Timothy D. Stowe, Eugene M. Chow and Daniel Rugar, "Quality factors in micron- and submicron-thick cantilevers", J. of MEMS, 9, 117-125 (2000).
- [2] P. Murali, A. Kholkin, M. Kohli Maeder, K. G. Brooks, R. Luthier and N. Setter, "Fabrication and Characterization of PZT Thin Films For Micromotors, Solid-State Sensors and Actuators, 1995 and Eurosensors IX. Transducers '95, 397-400 (1995).
- [3] P. Luginbuhl, G. -A. Racine, P. Lerch, B. Romanowicz, K. G. Brooks, N. F. D. Rooij, P. Renaud and N. setter, "Piezoelectric cantilever beams actuated by PZT sol-gel film", Sens. Actuators A, 54, 530-535 (1996).
- [4] S. Wakabayashi, M. Sakata, H. Goto, M. Takeuchi and T. Yada, "Static characteristics of piezoelectric thin film buckling actuator", Jpn. J. Appl. Phys., 35, 5012-5014 (1996).
- [5] J. H. Lee, K. H. Yoon and T. S. Kim, "Electric and longitudinal piezoelectric properties of PZT(52/48) films as a function of thickness prepared by diol based sol-gel method," Intergrated Ferroelectrics, 41, 119-128 (2001)