

논문 99-8-4-4

## 노즐의 원리를 도입한 ISFET 소형 카트리지 제작

김현수\*, 이영철\*\*, 김영진\*\*, 조병욱\*\*, 손병기\*\*

## Microfabrication of the ISFET Cartridge by employing Nozzle system

Hyun-Soo Kim\*, Young-Chul Lee\*\*, Young-Jin Kim\*\*, Byung-Woog Cho\*\*,  
Byung-Ki Sohn\*\*

## 요약

센서의 감지막 표면에 흡착되어 있는 이물질들을 세척하기 위해 노즐 원리를 도입하여 소형 카트리지를 제작하였다. 세척용 노즐구조는 유동 해석 프로그램(CFD-ACE)의 검증을 통하여 소형 카트리지에 적합하도록 설계하였다. 미세가공기술을 이용하여 제작된 카트리지의 전체 크기는 약 2.6 cm×1.5 cm이고 세척용 노즐의 크기는 0.2 mm×600 mm이며, 측정에 필요한 시료의 양은 약 20  $\mu$ l이다. REFET과 의사기준전극을 이용한 차동증폭법을 사용하여 기준전극을 소형화하였다. 또한, 미세채널에서 기포로 인한 센서의 오동작을 감지하기 위해 채널 양단에 금속전극을 증착하였다. 제작된 카트리지에 pH-ISFET를 장착하여 노즐에 의한 세척효과를 조사하였다.

## Abstract

A small cartridge, with a nozzle system for washing off the dirt from the surfaces of sensing gates, was fabricated. The proposed nozzle structure was designed for cartridge by using the simulation tool of fluid (CFD-ACE). Whole size of the fabricated cartridge by using micromachining techniques is about 2.6 cm×1.5 cm, the size of the washing nozzle is 0.2 mm×0.6 mm and its dead volume is only about 20  $\mu$ l. A micro-reference electrode was achieved by employing a differential system with ISFETs/QRE (quasi-reference electrode)/REFET (reference field-effect transistor). Metal electrodes were deposited at both ends of blowing channel were used to check the presence of bubble in the microchannel. The pH-ISFET was inserted into the fabricated cartridge and the washing effect of the nozzle system in cartridge was investigated.

## 1. 서 론

지금까지 전해질의 농도 측정에 사용되고 있는 이온 선택성 전극(ISE : ion selective electrode)<sup>[1,2]</sup>은 다루기가 어렵고 고가이다. 그러나, 반도체 제조공정기술을 이용한 FET형 전해질 센서는 빠른 응답특성과 소형화, 규격화, 양산화 및 측정회로와의 집적화를 이룰 수 있는 많은 장점들을 가지고 있어 다양한 분야에서 개발

및 응용되어지고 있다.<sup>[3]</sup> 한편, FET형 전해질 센서는 습도, 온도, 빛, 정전기 등과 같은 측정환경의 영향에 의해 오동작이 발생하므로 측정환경의 변화에 간섭을 받지 않으며 측정에 적합한 형태의 센서로 제작이 되어야 한다. 따라서 실용화를 위해서는 측정시 사용의 편리성과 측정환경으로부터 보호 및 측정용액의 소모량을 최소화시킬 수 있는 적합한 패키지<sup>[4,5]</sup>이 요구되어진다.

본 논문에서는 ISFET 센서에 적합한 형태의 패키징을 하기 위해 미세가공기술을 이용하여 ISFET 소형 카트리지를 제작하였다. ISFET 소형 카트리지의 습식

\* 경북대학교 센서공학과 (Dept. of Sensor Eng.,  
Kyungpook Nat'l Univ.)

\*\* 경북대학교 전자·전기공학부 (School of Electro-  
ronics and Electrical Eng., Kyungpook Nat'l Univ.)

<접수일자 : 1999년 4월 1일>

식각<sup>[6-8]</sup>과 정전접합<sup>[9-11]</sup>등 여러 가지 미세가공기술 및 패키징기술을 사용하였고, 사용의 편리성을 도모하였다. 또한, 카트리지에 센서를 삽입시킨 후 감광성 고분자물질을 사용하여 엔캡슐레이션(encapsulation)<sup>[12]</sup>을 함으로써 센서와 센서삽입층을 일체화하였고, 소형 채널에 적합하도록 부피가 큰 상용기준전극(Ag/AgCl) 대신에 REFET<sup>[13]</sup>과 금속전극(Pt)을 사용한 차동증폭법<sup>[14]</sup>을 이용하여 기준전극을 소형화하였다. 임의의 용액을 측정할 후 또는 다른 임의의 용액을 측정할 때, 미세 채널 내의 센서표면에 남아있는 이전 측정용액에 의한 간섭효과<sup>[15]</sup> 및 이물질의 흡착<sup>[16]</sup>에 의한 영향이 센서의 감도나 신뢰성을 저하시키는 요인이 된다. 따라서 이를 개선시키기 위한 방법으로 미세 채널 내에서 압력과 유속의 변화를 이용한 세척용 노즐<sup>[17]</sup>을 설계하였고, 설계된 세척용 노즐은 유동 해석 프로그램을 사용하여 미세 채널 구조 내에서의 적합성과 세척효과를 검증하였다. 검증된 결과를 바탕으로 세척용 노즐을 갖는 ISFET 소형 카트리지를 제작하였고 카트리지에 장착된 센서와 장착되지 않은 센서와의 반복측정을 통해 세척효과를 조사하였다.

## II. 실험

### 2-1. 채널내의 유동시물레이션

상용 유동 해석 프로그램(CFD-ACE)은 설계된 노즐 구조에서 세척효과의 확인과 유체흐름이 입구에서 출구까지의 실제 유동 현상을 규명하기 위해 이용하였다. 유동 조건은 시간에 대해 일정한 정상 상태(steady-state)이며 층류 유동(laminar flow)으로 가정하였다. 또한 작동 유체는 밀도가 균일한 비압축성 유체(물)로 설정하고 유체의 흐름이 가장 원활한 압력으로 선정하였다. 이를 바탕으로한 시물레이션에서 사용된 경계 조건으로는 다음과 같다. 용액이 주입되는 입구조건은 압력(P)이 200kPa, 온도는 300K, 레이놀즈수(Re)는 536이며, 1m/s의 유속(U)인 고정 속도 조건(fixed velocity condition)을 사용하였다. 출구조건은 고정 압력 조건(fixed pressure condition)인 대기압으로 설정하여 2차원적으로 시물레이션하였다. 그림 1은 노즐층이 삽입된 채널구조를 나타낸 그림이다. 카트리지의 전체 길이는 약 2.6 cm이고 노즐의 크기는 0.2 mm × 0.6 mm이다. 유동 시물레이션의 결과는 그림 1과 같으며, 유동 시물레이션에서 Y축과 X축은 각각 압력

(Pa, N/m<sup>2</sup>)과 길이 (m)이다. 유체의 흐름을 하나의 선으로 나타낸 유선(Streamline)에서 출구방향으로 갈수록 유량이 많음을 볼 수 있는데, 이것은 유속과 노즐의 직경 및 채널내의 압력에 의한 것이다. 속도 벡터(Velocity vector)는 유체의 흐름을 속도성분으로 나타낸 것으로 용액이 주입되는 채널에서 볼 때, 관에 근접한 유체는 점성 및 마찰손실에 의하여 유동의 흐름이 진행될수록 관내의 유속은 감소함을 알 수 있었다. 반면에 용액이 흘러나가는 채널에서 노즐을 통과한 유체의 속도는 증가하며 유체 상호 간섭에 의해 와류현상이 발생하였다. 또한 압력과 거리의 관계곡선에서 볼 때, 용액이 주입되는 채널의 밀면 압력(Upper wall pressure)은 각 노즐 입구 부분에서 증가하였데, 이런 현상은 채널의 입구와 출구의 면적 차이로 인해 유체의 맨돌이 현상에 의한 것이다. 용액이 흘러나가는 채널의 밀면 압력(Lower wall pressure)은 채널의 출구로 갈수록 감소함으로서 유체가 정상적으로 흘러나감을 볼 수 있었다. 따라서 유동 시물레이션을 통해 카트리지의 미세 채널 구조는 센서 감지 부분에서 빠른 유속과 와류현상이 발생으로 인하여 높은 세척효과를 검증할 수 있었다.

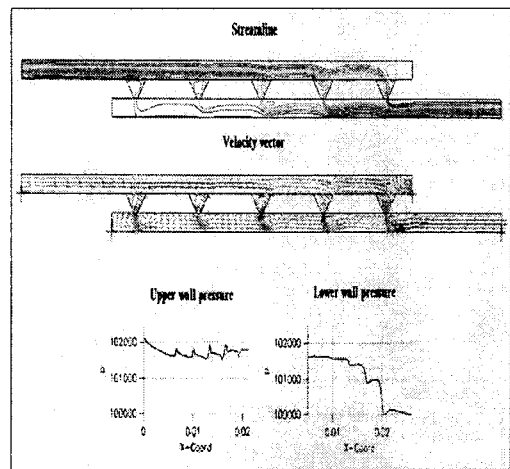


그림 1. 노즐층이 삽입된 미세채널구조의 시물레이션  
Fig. 1. Simulation of the micro-flow-channel with nozzle layer.

### 2-2. 세척용 노즐을 갖는 카트리지 제작

검증된 유동 시물레이션 결과를 바탕으로 센서 감지 막 부분에 남아있는 측정용액이나 이물질들을 효과적으로 세척할 수 있는 세척용 노즐을 포함한 ISFET 소

형 카트리지를 제작하였다. 본 카트리지는 용액 주입층(part 1), 세척용 노즐층(part 2)과 센서 고정을 위한 센서 삽입층(part 3)으로 구성된다. 그림 2와 그림 3은 카트리지의 전체 구조와 단면도를 나타내었다. 카트리지 제작에 사용된 재료는 결정면이 (100), 직경 5인치인 실리콘(n-type, 610  $\mu\text{m}$ )과 유리(pyrex 7740)를 사용하였고, 측정용액을 주입하기 위해 폴리에틸렌 튜브(외경:1.0 mm, 내경:0.5 mm)를 사용하였다. 또한, PCB기판을 이용하여 센서와 측정회로와의 연결이 용이하도록 하였다.

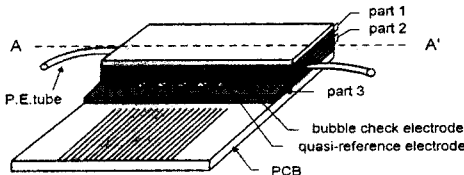


그림 2. 카트리지의 전체 구조  
Fig. 2. Whole structure of cartridge

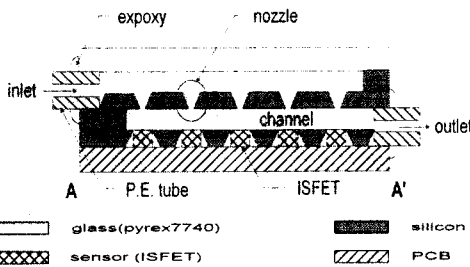


그림 3. 카트리지의 단면도 (A-A')  
Fig. 3. Cross-sectional view of the cartridge (A-A').

용액이 주입되는 부분(part 1)은 양면이 연마된 실리콘 웨이퍼(n-type, 610  $\mu\text{m}$ )와 유리(pyrex 7740)를 정전 접합방법으로써 접합한 후, 실리콘 식각 용액인 KOH 수용액에 대한 마스크를 위해 Au/NiCr (3000 Å/500 Å)을 열증착하였다. KOH (44 wt.%) 수용액을 80 °C의 온도로 유지하면서 실리콘 식각을 행하여 part 1을 제작하였다. 세척용 노즐 부분(part 2)의 제작을 하기 위해 양면이 연마된 실리콘 웨이퍼에 저압 화학 기상 증착(LPCVD)법으로 양면에 실리콘 질화막을 약 1500 Å 증착하였다. 노즐 부분을 사진식각공정으로써 패턴을 형성한 후, 반응성 이온 식각법을 행하여 실리콘 질화막을 건식식각하고 PR을 제거하였다. 실리콘을 식각하

기 위해 KOH 수용액을 사용하여 노즐층을 제작하였다. 제작된 노즐의 크기는 0.2 mm×0.6 mm이다. 센서 삽입층 부분(part 3)은 part 2에서 사용된 실리콘 습식식각을 이용하여 동일한 조건으로 제작하였다. 제작된 센서 삽입층의 앞면에 lift-off법으로 금속전극의 패턴을 형성시키고 RF sputter를 사용하여 Pt/Ti (3000 Å/300 Å)을 증착하였다. 또한, 채널 내에서 빠른 유속에 의해 발생 가능한 기포의 확인을 위해 2개의 금속전극을 채널의 양단에 설계하였다. 제작된 센서 삽입층(part 3)은 센서를 삽입해서 PCB기판에 접촉시킨 후, 센서의 고정과 표면결연을 위해 감광성 고분자 물질(THB30)을 사용하여 사진식각공정으로 센서 게이트부위에 크기가 0.6 mm×0.6 mm×0.03 mm인 micropool을 형성하였다. 또한, 제작된 part 1과 part 2를 저온 공정이 가능한 접착성 고분자 물질을 이용하여 접합시킨 후, 같은 방법으로 part 3에 접합시켜 ISFET 소형 카트리지를 제작하였다. 그림 4는 카트리지의 전체 제조 공정 블록도를 도식화하였다. 제작된 카트리지의 전체 크기는 약 2.6 cm×1.5 cm이며, 측정에 필요한 시료의 양은 약 20  $\mu\text{l}$  정도이다. 그림 5는 제작된 카트리지의 사진을 나타낸 것이다.

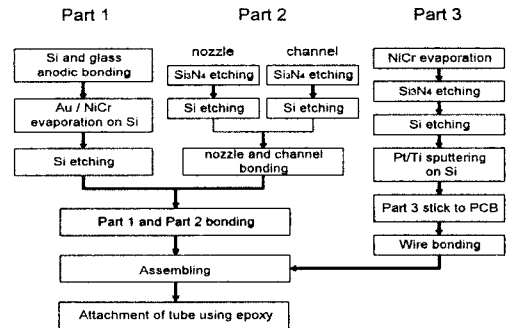


그림 4. 카트리지의 제조 공정 블록도  
Fig. 4. Block diagram of the cartridge fabrication.

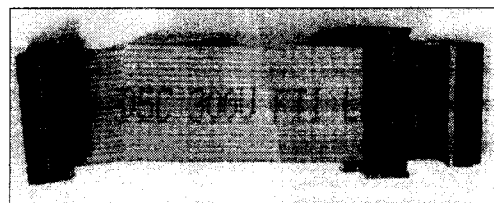
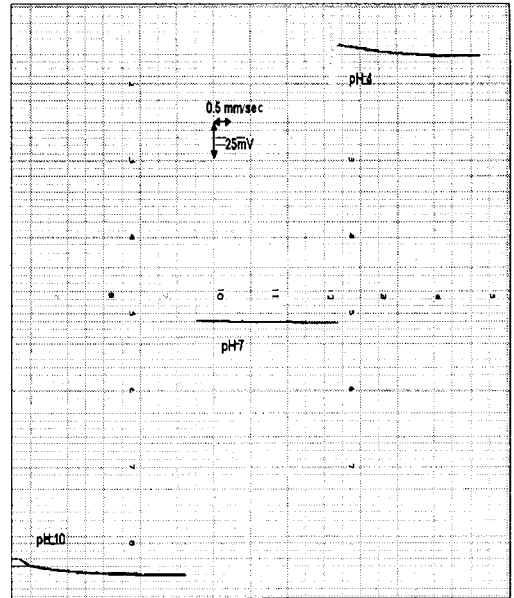


그림 5. 제작된 카트리지 실제 사진  
Fig. 5. Photography of the cartridge.

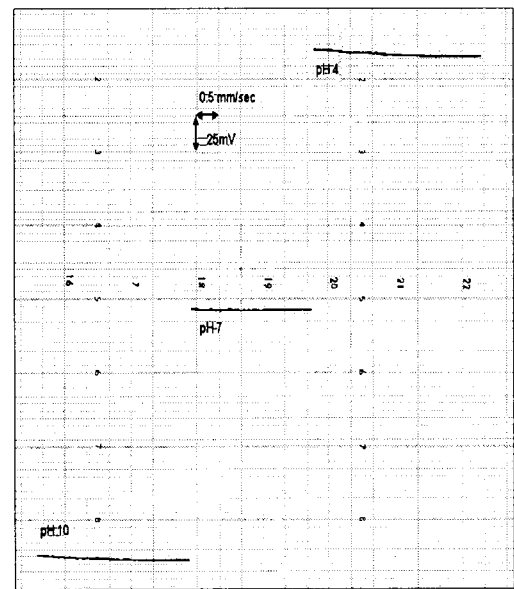
III. 실험결과 및 고찰

세척용 노즐을 도입한 pH-ISFET 카트리지의 성능 평가를 위해서 노즐이 있는 카트리지와 노즐이 없는 카트리지를 사용하여 비교하였으나, 반복횟수(10회 이상)가 증가할수록 노즐이 없는 경우는 채널 자체가 막히는 현상이 발생하여 이물질이 섞인 혼합용액에 대한 센서의 동작특성을 절대비교를 할 수가 없었다. 따라서 본 논문에서는 수작업으로 제작한 센서와 카트리지를 사용한 센서의 반복 측정을 통하여 그 응답특성을 조사하였다. 먼저 pH 4, 7, 10 (Buffered solution, ORION사) 측정용액에서 수작업으로 제작된 센서와 카트리지를 사용한 센서를 측정하였고 측정결과는 그림 6에서 보는 바와 같이 감도면에서 수작업으로 제작된 센서는 58 mV/pH이고 카트리지를 사용한 센서는 55 mV/pH였다. 응답시간면에서는 30초 이내로 거의 동일하게 반응하였다. 세척효과를 조사하기 위해 입자가 크고 물에 잘 용해되지 않는 BSA(bovine serum albumin)를 pH 용액에 혼합시켜 측정용액으로 사용하였다. 반복된 측정횟수는 25회를 반복 측정하였고 사용된 측정용액은 pH 4, 7, 10 용액에 BSA를 30 ml : 20 mg (pH용액:BSA)비율의 혼합용액을 사용하여 출력값을 측정하였다. 측정조건으로서, 수작업으로 제작된 센서는 항온조를 사용하여 온도 (25 ℃)를 일정하게 유지하면서 자기교반시켜 반복 측정을 하였다. 세척조건은 탈이온수에 30초 동안 담구어다가 빼는 방법으로 세척하였다. 세척용 노즐이 도입된 카트리지에 삽입된 센서는 반복 측정하기 전에 용액을 채널에 주입하여 정상적으로 동작을 하는지 확인하고 반복 측정하였다. 그림 7은 노즐이 있는 센서와 노즐이 없는 센서의 측정횟수에 따른 응답시간 및 감도를 나타낸 그래프이다. 반복 측정실험을 하는 동안, 측정횟수 10회 이하에서는 거의 동일한 감도 (55 mV/pH)와 응답시간 (30초 이내)이 나타났으나, 반복실험을 통해 감도 및 응답시간면에서 카트리지의 세척효과는 측정횟수에 대한 높은 의존성이 있음을 알 수 있었다. 또한 그림 8은 BSA가 혼합된 pH용액 (pH 4, 7, 10)에서 수작업에 의해 제작된 센서와 카트리지에 장착된 센서의 반복 측정을 통해 수소이온농도의 변화에 따른 응답특성곡선을 나타낸 것으로 실험결과에서 BSA가 혼합된 pH용액에서 수작업으로 제작된 센서의 감도는 약 52 mV/pH이고 응답시간은 90초였다. 그리고 세척용 노즐이 도입된 카트리지에 삽입된 센서의 감도는 약 55 mV/pH이며, 응답시간은 30초 이내의 동작특성을 보였다. 실험결과로서 미루어 볼 때 센서를

패키징한 카트리지구조에서 노즐은 미세 채널구조에 적합하고 센서의 감도 및 응답시간면에서 효과적인 세척이 가능한 것으로 사료된다.

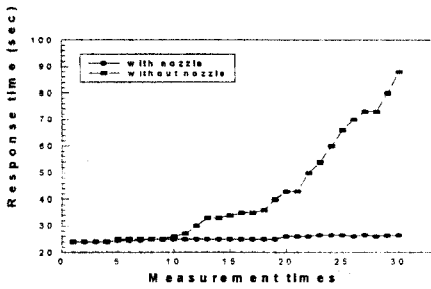


(a)

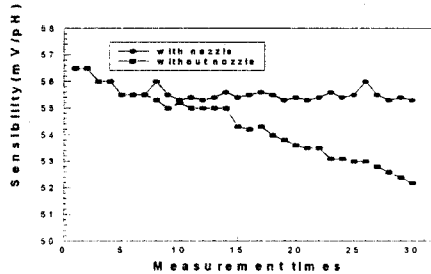


(b)

그림 6. 노즐이 있는 센서와 없는 센서의 동작특성  
 (a) 노즐이 없는 경우 (b) 노즐이 있는 경우  
 Fig. 6. Operational characteristic of the sensor with nozzle and without nozzle.  
 (a) without nozzle (b) with nozzle



(a)



(b)

그림 7. 노즐이 있는 센서와 없는 센서의 동작특성  
(a) 응답시간 (b) 감도

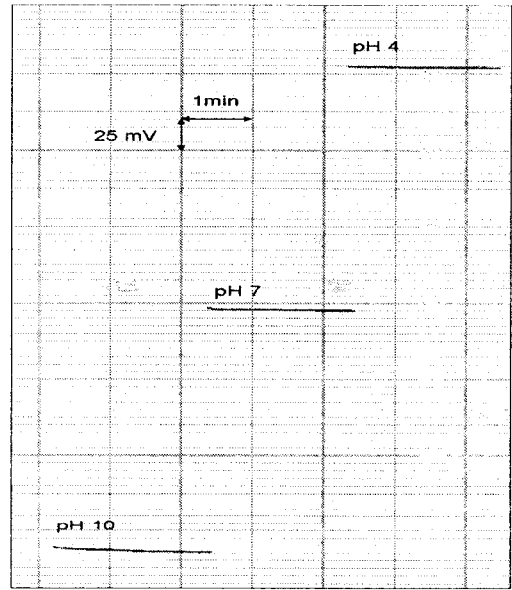
Fig. 7. Operational characteristic of the sensor with nozzle and without nozzle.

(a) response time (b) sensitivity

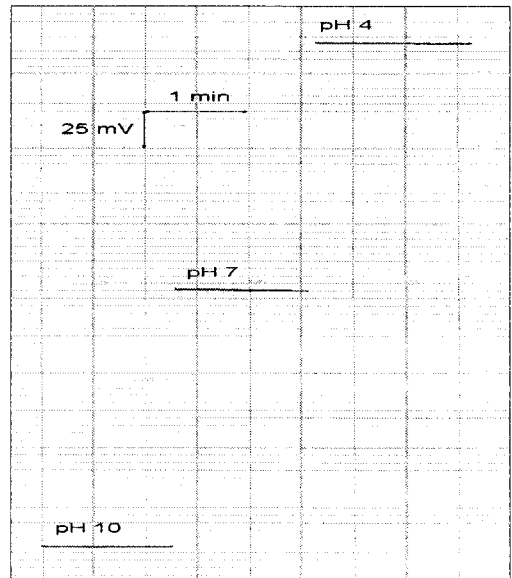
#### IV. 결 론

미세한 구조나 기하학적 형상에 대한 유동을 예측할 수 있는 유동시뮬레이션(CFD-ACE)의 결과를 바탕으로 세척용 노즐을 갖는 ISFET 카트리지를 제작하였다. 제작된 카트리지의 전체 크기와 노즐의 크기는 약 2.6 cm × 1.5 cm, 0.2 mm × 0.6 mm이다. 이러한 미세 채널구조에 적합하도록 부피가 큰 상용 기준전극 대신에 REFET과 의사기준전극(Pt)을 사용하여 차동증폭법으로 측정하였다. 카트리지에서는 마이크로풀(micropool)의 규격화와 용액에 대한 전기적인 절연문제 뿐만 아니라 일괄적인 제조공정을 위해 화학적으로 안정한 감광성 고분자 물질(THB30)을 접착 및 절연물질로써 사용하였다. 개별적으로 제조된 pH-ISFET과 세척용 노즐을 도입한 카트리지에 고정시킨 pH-ISFET의 세척효과를 조사하기 위하여 BSA(bovine serum albumin)를 혼합한 pH용액(pH 4, 7, 10)을 사용하여 반복 측정한 결과, 카트리지에 고정시킨 pH-ISFET의 동작특성은 수소이온농도에 대하여 pH 4 - pH 10 범위에서 높은 감도와 빠른 응답시간 및 안정된 선형성을 나타내었다. 이런 결과를 볼 때, 설계된 노즐은 센서 표면에 흡착된 BSA를 효과적으로 세

척이 가능함을 알 수 있었다. 따라서 마이크로 센서를 패키징한 카트리지는 세척용 노즐에 의해 용액내의 이물질로 인한 영향이 크게 감소되어 센서의 감도 및 신뢰성을 향상시킬 수 있었다. 또한 동일한 구조의 FET 형태의 센서(전해질 센서, 바이오 센서) 뿐만 아니라 세척이 요구되는 분야에도 응용이 가능하리라 사료된다.



(a)



(b)

그림 8. pH-ISFET의 반응시간

(a) 노즐이 없는 경우 (b) 노즐이 있는 경우

Fig. 8. Response time of the pH-ISFET.

(a) without nozzle (b) with nozzle

## 참 고 문 헌

- [1] R. P. Buck, "Ion sensitive electrodes," *Anal. Chem.*, vol. 50, pp. 17~29, 1978.
- [2] G. H. Ricke, "Ion sensitive electrodes," *Anal. Chem.*, vol. 52, pp. 259~275, 1980.
- [3] 손병기, "감이온 전장효과 트랜지스터," 대한전자 공학회지, 제18권, 제5호, pp. 22~29, 1981.
- [4] A. Grisel, C. Francis, E. Verney, and G. Mondin, "Packaging technologies for integrated electrochemical sensors," *Sensors and Actuators*, vol. 17, pp. 285~295, 1989.
- [5] D. J. Beebe, and D. D. Denton, "A flexible polyimide-based package for silicon sensors," *Sensors and Actuators A*, vol. 44, pp. 57~64, 1994.
- [6] K. E. Petersen, "Silicon as a mechanical material," *IEEE Proc.*, vol. 70, no. 5, pp. 420~457, 1982.
- [7] V. Karanassios, and G. Mew, "Anisotropic wet chemical etching of Si for chemical analysis applications," *Sensors and Materials*, vol. 9, no. 7, pp. 395~416, 1997.
- [8] E. Steinsland, M. Nese, A. Hanneborg, R. W. Bernstein, H. Sandmo, and G. Kittilsland, "Boron etch-stop in TMAH solutions," *Sensors and Actuators A*, vol. 54, pp. 728~732, 1996.
- [9] H. Hebiguchi, S. Shoji, and M. Esashi, "Room temperature anodic bonding with low melting point glass film," *Technical Digest of The 9th Sensor Symposium*, pp. 31~34, 1990.
- [10] Y. Kanda, K. Natsuda, C. Murayama, and J. Sugaya, "The mechanism of field-assisted silicon-glass bonding," *Sensors and Actuators A*, vol. 23, pp. 939~943, 1990.
- [11] H. Henmi, S. Shoji, Y. Shoji, K. Yoshimi and M. Esashi, "Vacuum packaging for micro-sensors by glass-silicon anodic bonding," *Sensors and Actuators A*, vol. 43, pp. 243~248, 1994.
- [12] 손병기, 이강열, 장원덕, 조병욱, 이수근, 권대혁, "P-N 접합을 이용한 ISFET센서칩의 웨이퍼 규모 엔캡슐레이션 기술," 센서기술학술대회 논문집, 제4권, 제1호, pp. 185~190, 1993.
- [13] P. Bergveld, A. Van den berg, P. D. Van der wal, M. Skowronska-ptasinska, and D. N. Reinhoudt, "How electrical and chemical requirements for REFETs may coincide," *Sensors and Actuators*, vol. 18, pp. 309~327, 1989.
- [14] 김성진, 권대혁, 이종현, 손병기, "ISFET 및 Pt 기준전극과 차동증폭법을 이용한 요소감지소자 개발," 대한전자공학회 하계학술대회, pp. 356~359, 1988.
- [15] K. Umezawa, and Y. Umezawa, "Selectivity Coefficient for Ion-Selective Electrodes," *Tokyo Univ. of Tokyo Press.*, pp. 1~7, 1983.
- [16] T. Suzawa, H. Shirahama, and T. Fujimoto, "Effect of Urea on the Adsorption of Bovine Serum Albumin onto Polymer Latices," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 93, no. 2, pp. 498~503, 1983.
- [17] J. H. Babae, C. Y. Kwok, and R. S. Huang, "An integrable nozzle for monolithic microfluidic devices," *Sensors and Actuators A*, vol. 65, pp. 221~227, 1998.

## 著 者 紹 介

## 이 영 철

『센서학회지 제7권 제4호』 논문98-7-4-06 p.278 참조  
현재 경북대학교 전자공학과 박사과정

## 김 영 진

『센서학회지 제7권 제1호』 논문98-7-1-05 p.38 참조  
현재 경북대학교 전자공학과 박사과정



김 현 수

1968년 12월 23일생.

1996년 경일대학교 기계설계학과  
졸업(학사).

1999년 경북대학교 센서공학과 졸  
업(석사).

주관심분야 : MEMS, 반도체 마

이크로 센서.

조 병 욱

『센서학회지 제1권 제1호』 논문 92 08 p.101 참조

1999년 경북대학교 전자공학과 공학박사 취득

손 병 기

『센서학회지 제1권 제1호』 논문 92 08 p.101 참조

현재 경북대학교 전자전기공학부 교수, 센서기술연구소장