

수송기계 엔진 MEMS 용 SiCN 마이크로 구조물 제작

정준호, 정귀상

울산대학교 전기전자정보시스템공학부

Abstract

This paper describes a novel processing technique for fabrication of polymer-derived SiCN (silicon carbonitride) microstructures for super-temperature MEMS applications. PDMS (polydimethylsiloxane) mold is fabricated on SU-8 photoresist using standard UV photolithographic process. Liquid precursor is injected into the PDMS mold. Finally, solid polymer structure is cross-linked using HIP (hot isostatic pressure) at 400°C, 205 bar. Optimum pyrolysis and annealing conditions are determined to form a ceramic microstructure capable of withstanding over 1400°C. The fabricated SiCN ceramic microstructure has excellent characteristics, such as shear strength (15.2 N), insulation resistance ($2.163 \times 10^{14} \Omega$) and BDV (min. 1.2 kV) under optimum process condition.

1. 서 론

현재 Si 마이크로머시닝기술은 벌크 마이크로머시닝과 표면 마이크로머시닝이 널리 사용되고 있으며, 공정이 복잡한 LIGA 공정으로도 고종 황비의 금속 구조물을 제작하고 있다. 그러나 Si-MEMS의 경우, pn접합 누설전류로 인한 소자의 특성 상실과 소자의 기계적 물성의 약화로 120°C 이상에서는 사용할 수 없다 [1]. 현재 500°C 이상의 고온에서도 사용 가능한 MEMS의 재료로서 벌크 4H- 혹은 6H-SiC 그리고 Si기판 위에 이중결정성장된 3C-SiC 박막에 관한 연구가 진행 중이지만, SiC 결정 성장 역시 대단히 어렵기 때문에 가격이 비싸고 대량생산이 어렵다 [2].

한편, 액체 polysilazane를 전구체로 하여 제작된 SiCN (silicon carbonitride) 미세구조물은 1000°C 이상의 고온에서도 절연열화에 강하고 우수한 재료특성을 나타낼 뿐만 아니라 식각과 증착공정 없이 미세가공이 용이하다 [3]. 최근에 SiCN-MEMS용 3차원 미세구조물 제작시, SU-8 몰드와 SiCN 사이의 반응을 방지하기 위하여 테프론 박막을 이용하고 있지만 [4], 마이크로 스케일 단위의 테프론 코팅은 습식 또는 건식 코팅공정에 있어서 SU-8 몰드 내에 균일한 코팅이 어렵다. 또한, SU-8 몰드와 고형화된 polysilazane과 분리 시 225°C 이상의 온도를 가열하여 SU-8 몰드를 제거함으로써 SU-8 몰드는 재사용이 불가능하다 [5]. 따라서, 본 연구는 SU-8 몰드를 이용한 SiCN 미세구조물 제작 시 문제점을 해결하기 위해 계면 에너지가 낮아 테프론 코팅없이 제작이 용이하고 반영구적으로 재사용이 가능한 PDMS (polydimethylsiloxane) 몰드를 사용하여 1400°C 이상에서도 사용 가능한 초고온 MEMS용 SiCN 미세구조물을 제작했으며 열분해 및 열처리 조건에 따른 물리적, 전기적 특성을 분석하였다.

2. 실험 방법

PDMS 몰드를 이용한 초고온 SiCN-MEMS용 미세구조물 제작공정 과정으로는 먼저, 액체 polysilazane을 이용한 SiCN 세라믹 미세구조물을 제작하는데 이용되는 PDMS 몰드를 제작하기 위해 SU-8 패턴을 형성하였다. 그리고 Si 기판 위에 SU-8 (Microchem corp, SU-8 2050)을 400 μm 두께로 코팅한 후, 오븐에서 65°C와 95°C의 온도를 유지하면서 각각 5, 30분간 순차적으로 soft-bake하였다. 또한, 설계된 미세구조물의 형태로 고형화할 수 있도록 UV를 조사한 다음, soft-bake 공정과 동일

하게 PEB (post expose bake) 공정을 한 후, PGMEA (propylene glycol monomethyl ether acetate)을 사용하여 현상하였으며 200°C에서 hard-bake를 통해 SU-8 패턴을 형성하였다. 다음은 형성된 SU-8을 사용하여 PDMS 몰드를 제작하였다. 형성된 SU-8 패턴 위에 PDMS (polydimethylsilane, dow corning, SYLGARD 184)와 경화제를 10:1 비율로 혼합한 후, SU-8 패턴이 형성된 Si 기판을 이크릴 몰드 내에 위치시켰다. 또한, 경화제와 교반한 PDMS를 이크릴 몰드 내에 부은 후, 1×10^{-4} torr의 진공 챔버 내에서 40분 동안 용액 내부의 기포를 제거하였다. 마지막으로 70°C에서 1 시간 동안 오븐에서 경화함으로써 500 μ m 두께의 PDMS 몰드를 제작하였다. 최종적으로 제작된 PDMS 몰드 내에 SiCN의 액체 전구체인 polysilazane (Kion corp, VL 20) 용액에 광개시제인 2, 2-dimethoxy-2-phenyl aceto-phenone를 5 wt.% 첨가한 후, 약 30분간 교반하였다. 이후 PDMS 몰드 내에 주입하여 UV에 25분간 조사하였다. PDMS 몰드로부터 고형화된 polysilazane을 분리하여 freestanding의 SiCN 미세구조물을 제작한 다음, HIP (hot isostatic press) 장비를 사용하여 가교 및 열처리 조건에 따른 SiCN 미세구조물의 밀도, 절연저항, 내전압 그리고 전단강도 등의 물리적, 전기적 특성을 분석했다.

시편 측정에 대해서, 본 연구에서는 나노 레벨의 기계적 특성을 측정하기 위하여 Nano Indenter의 CSM 모듈과 로드셀이 장착된 인장 시험기를 이용해 탄성계수와 경도, 인장강도 등을 측정하였다. CSM 모듈을 이용하면 SiCN 미세구조물과 같은 소형 시편의 압입 깊이에 따른 나노 레벨의 파괴 역학적 특성을 측정할 수 있다. 측정 및 분석에 사용된 시편은 두께 470 μ m, 폭 9 mm, 길이 18 mm의 SiCN 미세구조물이다. Indentation 실험에서 샘플은 깊이 2000 nm까지 압입하였다. 또한, 각 회의 실험에서 압입 깊이에 따른 경도와 탄성계수의 변화를 CSM 모듈을 이용하여 측정하였다. 압입 시험 시 잔류응력 혹은 균열성장의 영향을 최소화하기 위하여 indentation 되는 위치들은 50 μ m씩의 간격을 두었다. SiCN 미세구조물에 가공이 많이 존재하거나 표면 거칠기가 양호하지 못할 경우, 경도 측정 시 표준편차가 커질 수 있기 때문에 미세구조물의 표면상태가 양호함을 확인한 후, 샘플당 평균 16회의 압입시험을 수행하였다.

3. 실험결과 및 고찰

그림 1 (a)와 (b)는 본 연구에서 각각 제작한 직경이 1 mm이며 두께가 0.4 mm인 SiCN 마이크로 기어와 캔틸레브의 SEM 사진이다.

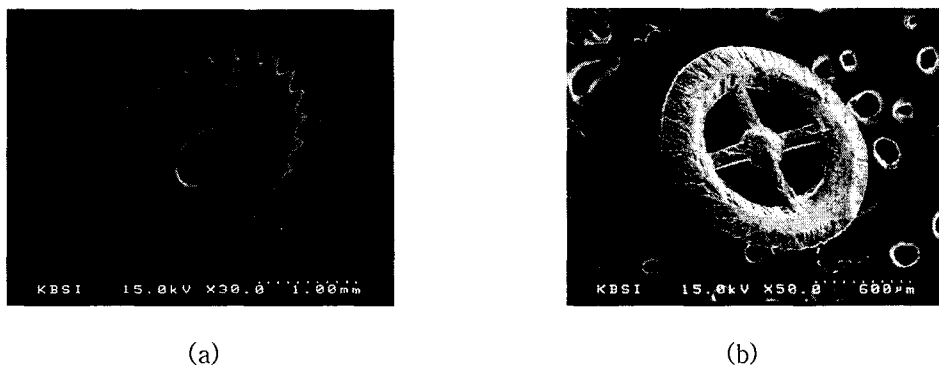


Fig. 1 SEM images of the fabricated SiCN micro (a) gear and (b) cantilever, respectively.

Polysilazane내에 분산되어있는 경화제 DCP는 130°C이상에서 반응성 메틸 라디칼을 생성한다. 이렇게 생성된 반응성 메틸 라디칼에 의하여 polysilazane monomer의 고형화를 유도한다 [6].

실험 오차를 최소화하기 위하여 가로 3 mm×세로 1.5 mm×두께 0.4 mm의 동일한 크기로 제작한 시편들은, HIP과 열처리로 각각 열분해공정을 행한 SiCN 미세구조물의 전단강도 (QW00-C31, Approach speed to sample: 0.5 mm/min)를 측정했으며, HIP에서 열 분해한 경우, 시편들의 전단강도가 최소 15.2 N로 가장 우수한 것으로 나타났다. 일반적으로 세라믹 열처리는 강도 및 내마모성 등의 특성을 얻기 위하여 결정의 변화나 구조적 변형을 목적으로 수행하는 공정이지만, SiCN 세라믹 미세구조물의 경우, 부정형으로, 열분해 과정에서 충분한 기계적 강도와 산화 저항성을 가지게 된다 [7]. 그러나, 강도가 떨어지는

것은 무정형의 SiCN이 열처리 공정을 거치면서 잔류응력을 가지기 때문으로 사료된다.

HIP과 열처리로 각각 열분해 된 SiCN 미세구조물과 결정방향이 다른 Si 기판과의 절연능력을 비교하기 위해 DC high-resistance meter (Hewlett Packard, HP 4339 B)를 사용하여 절연저항을 측정하였다. 이때 모든 시편은 전압이 인가될 면에 약 1.5 μm 두께의 Silver paste로 contact해서 50 V의 DC 전압을 각각 60초씩 인가하였으며, HIP 공정에서 열 분해한 경우, 시편의 절연저항은 2.163×10^{14} Ω 으로써 열처리로서 열 분해한 경우와 Si 기판보다 훨씬 우수한 절연특성을 나타내었다. 따라서, HIP 공정에서 열 분해한 경우, 전류에 의한 발열에 가장 강한 것으로 사료된다 [7].

본 연구에서는 각각 다른 열분해공정을 했으며, 그에 따른 SiCN 미세구조물의 내전압 (withstanding voltage meter, Kikusui Electronic Corp., Japan)을 또한 측정했다. 이때 측정장비의 최대 인가 DC 전압은 1.2 kV였으며 5 mA의 전류를 60 초 동안 인가하면서 내전압을 측정하였다. SiCN 시편들은 열분해조건이 다르지만, 최소 1.2 kV의 내전압을 유지하였기 때문에 열분해조건에 따른 SiCN 시편들의 유의치를 확인할 수는 없었으나 Si 기판의 경우, 결정방향이 다른 5가지의 샘플 모두 1 kV보다 낮았다. SiCN 시편들의 두께가 약 0.4 mm, Si 기판의 두께가 0.5~0.53 mm임을 고려할 때 SiCN 시편들이 고전압 인가 시 터널링 효과에 의한 누설전류가 훨씬 적음을 알 수 있다[9]. 우리는 또한 각각의 열분해공정 후 열처리를 이용하여 다양한 가스 (Ar, N₂) 분위기에서 열처리공정을 거친 SiCN 미세구조물의 파괴강도를 측정했을 때, HIP에서 열분해 공정한 SiCN 시편들의 전단강도가 최소 15.2 N로 가장 우수하였지만, Ar 또는 N₂ 분위기에서 열처리공정을 할 경우, 오히려 12 N 이하로 전단강도가 떨어짐을 알 수 있었다. 따라서, HIP에서 SiCN 미세구조물을 열 분해한 이후 별도의 열처리를 하지 않는 것이 기계적 강도를 우수하게 유지함을 알 수 있었다. 다시 각각의 열분해공정 후 열처리를 이용하여 다양한 가스 (Ar, N₂) 분위기에서 열처리공정을 거친 SiCN 미세구조물의 절연저항을 Si기판과 함께 측정했을 때에는, 전단강도처럼 열분해공정 이후에 열처리를 하지 않은 시편과 Ar 또는 N₂ 분위기에서 열처리를 행한 시편의 절연 저항값은 각각 평균 2.163×10^{14} Ω , 4.827×10^{13} Ω 으로 1 order 가까이 차이가 나는 것을 알 수 있다.

그림 2은 열처리 전후 SiCN 미세구조물의 인장강도 (QHQ0-C6:1, Approach speed to sample- 0.5 mm/min)를 측정한 결과이다. 측정에 사용된 시편들의 면적을 오차를 최소화하기 위하여 가로 3 mm \times 세로 1.5 mm \times 두께 0.4 mm의 동일한 크기로 제작하였다. 측정결과 열처리를 행한 시편들의 전단 강도는 평균 15.2 N/mm로써 열처리 전 측정한 시편의 11.7 N/mm보다 3 N/mm 이상 우수한 것으로 나타났다 [6].

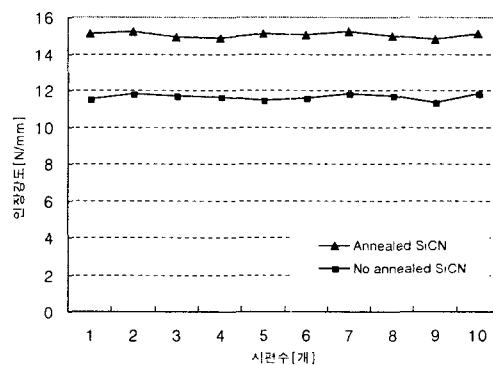


Fig. 2 Tensile strength variations of before and after annealed SiCN microstructure.

그림 3(a)와 (b)는 각각 열처리 전후 SiCN 미세구조물의 경도 변화를 CSM 모듈로 측정한 결과이다. 그림 (a)에서 열처리 전 시편의 경도는 평균 9.51 GPa이며 표준편차는 0.926 GPa이었다. 한편, 열처리 후 시편의 경도는 10.5 GPa의 평균값과 표준편차는 0.159 GPa으로 열처리를 수행함으로써 경도가 향상됨을 확인하였다.

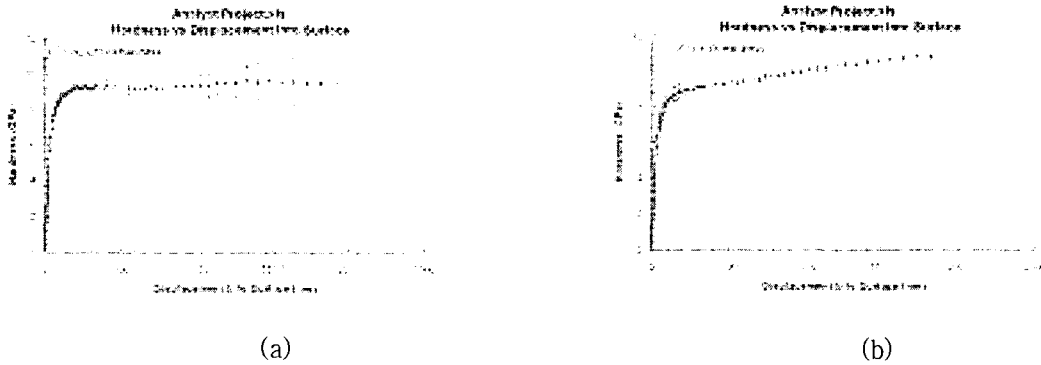


Fig. 3 Hardness variations of (a) before and (b) after annealed SiCN microstructure.

4. 결 론

본 연구에서는 SiCN 미세구조물 제작 시 계면에너지가 낮아 테프론 코팅없이 제작이 용이하고 반영구적으로 재사용이 가능한 PDMS 몰드를 사용하여 1400°C 이상의 초고온에서도 사용가능하고 기존의 Si, SOI, SiC-MEMS를 대체할 수 있는 초고온 MEMS용 SiCN 미세구조물을 제작하였다. 또한, SiCN 미세구조물의 열분해 및 열처리 조건에 따른 전단강도, 절연저항, 내전압 테스트 등의 물리적, 전기적 특성을 측정하여, 최적의 SiCN 미세구조물 제작공정기술을 확립하였다. 최적의 제작공정에서 SiCN 미세구조물의 전단강도 (15.2 N), 절연저항 ($2.163 \times 10^{14} \Omega$) 그리고 내전압특성 (최소 1.2 kV)이 가장 우수하였으며, 두께가 얇음에도 불구하고 p-형 혹은 n-형 Si기판과 비교하여 훨씬 우수한 내전압특성을 가짐을 확인할 수 있었다. 따라서, SiCN 미세구조물은 고전압, 초고온용 절연재료뿐만 아니라 1400°C 이상의 초고온 MEMS로써 유용하게 사용가능 할 것으로 기대된다.

감사의 글

본 연구는 교육인적자원부의 BK21사업과 울산대학교 NARC 지원으로 수행되었습니다.

참고문헌

- [1] M. Mehregany, C. A. Zorman, N. Rajan, and C. H. Wu, "Silicon Carbide MEMS for Harsh Environments", Proceeding IEEE, vol. 86, no. 8, pp. 1594-1609, 1998.
- [2] G. S. Chung and R. Maboudian, "Bonding characteristics of 3C-SiC wafers with hydrofluoric acid for high-temperature MEMS applications", Sensors and Actuators A, vol. 119, pp. 599-604, 2005.
- [3] L. A. Liew, W. Zhang, V. M. Bright, L. An, M. L. Dunn and R. Raj, "Fabrication of SiCN ceramic MEMS using inextable polymer-precursor technique," Sensors and Actuators A, vol. 89, pp. 64-70, 2001.
- [4] L. A. Liew, Y. Liu, R. Luo, T. Cross, L. An, V. M. Bright, M. L. Dunn, J. W. Daily, and R. Raj, "Fabrication of SiCN MEMS by photopolymerization of pre-ceramic polymer," Sensors and Actuators A, vol. 95, pp. 120-134, 2002.
- [5] L. A. Liew, R. A. Saravanan, M. right, M. L. Dunn, J. W. Daily, and R. Raj, "Processing and characterization of silicon carbon-nitride ceramics: application of electrical properties towards MEMS thermal actuators," Sensors and Actuators A, vol. 103, pp. 171-181, 2003.
- [6] E. Kroke, Y. L. Li, C. Konetschny, E. Leconte, C. Fasel, and R. Riedel, "Silazane derived ceramics and related materials," Materials Science and Engineering, vol. 26, pp. 97-199, 2000.
- [7] R. Raj, L. An, S. Shah and R. Riedel, "Oxidation kinetics of amorphous silicon carbonitride ceramics," Journal American Ceramic Society, vol. 84, pp. 1803-1810, 2001.