

전계방출 방식의 전자빔 팁의 제작 및 평가

김충수**·김동환*·박만진**·장동영†·안성훈**·한동철**

Fabrication and Evaluation of electron beam tip for field emission

Chung-Soo Kim, Dong Hwan Kim, Man-Jin Park, Dong-Young Jang,
Sung-Hoon Ahn, Dong-Chul Han

Key Words: 전기화학적 에칭(Electrochemical etching), 텅스텐(Tungsten), 전계방출소자(Field emitter), 전계방출(Field emission), 나노팁(Nano-tip)

Abstract

A Nano-tip as a cold field emitter for inducing a field emission current has manufactured in many ways. In the paper, the electrochemical etching method is used. Thus, in order to optimize the final shape as the field emitter, the reliable fabrication system for electrochemical etching was constructed. In addition, the effective parameters such as applied voltage, submerged length, meniscus height, electrolyte concentration and environmental condition(vibration, humidity, cut-off time) have investigated in detail. By controlling the parameters, reliable tungsten tip for field emitter was fabricated. And the fabricated tungsten tip was evaluated optically. Finally, the very sharp apex of the tungsten tip was observed with scanning electron microscope.

1. 서론

전계방출소자는 전계이온현미경(FIM: Field Ion Microscopy), 주사탐침현미경(STM: Scanning Tunneling Microscope)과 전자현미경(SEM: Scanning Electron Microscope)에서의 전자원으로써 필수적이다. 그리고 전자현미경과 전자빔 가공시스템에서의 전자원으로써 주로 이용된다.^(1,2) 전계방출소자는 커팅(cutting), 전기화학적 부식(electrochemical etching), 이온 밀링(Ion Milling) 또는 음극때리기(Cathode Sputtering)와 같은 기계적/물리화학적 방법에 의하여 일반적으로 제작된다.⁽¹⁻⁶⁾ 본 논문에서는 위의 방법들 중 가장 널리 사용되고 비교적 쉽게 아주 날카로운 팁 끝을 얻을 수 있는 전기화학적 제

법을 사용하여 전계방출소자를 제작하였다.

전계방출 소자의 재료로는 텅스텐이 사용되었으며 이유는 높은 용융점, 높은 열적/전기적 전도성, 낮은 증기압, 그리고 높은 기계적 강도이다.⁽⁷⁾ 그리고 이 텅스텐을 이용하여 제작된 전계방출소자는 3가지의 기본적인 형상 조건이 요구된다: 1) 짧은 테이퍼(Taper) 길이 2) 높은 대칭성(symmetric) 3) 날카로운 팁 끝(sharp apex)⁽⁸⁾. 첫 번째 요구조건의 경우 STM에서 사용되는 팁의 경우는 짧은 길이일 수록 좋으나 다른 전자현미경의 경우는 너무 길필요도 STM 팁처럼 짧을 필요도 없다. 본 연구에서는 위의 3가지 요건을 만족시키기 위하여 안정된 전계방출소자를 제작할 수 있는 전기화학적 에칭 시스템과 검사시스템을 구성하였고 팁 제작에 영향을 미치는 변수를 조사하고 평가하였다. 특히, 세 번째 필수조건인 팁 끝 형상을 전자현미경을 통하여 관측 및 평가하였다.

2. 전기화학적 부식

2.1 제조시스템의 구성 및 절차

† 회원, 서울대학교 산업정보시스템공학과

E-mail : dyjang@snut.ac.kr

TEL : (02)970-6450 FAX : (02)974-2849

* 서울산업대학교 기계설계학과

** 서울대학교 기계항공공학부

양질의 팁 형상을 얻기 위하여 구성된 제조시스템은 Fig. 1과 같이 구성되었고 클리닝(cleaning), 에칭(etching)과 검사(observation) 등의 7가지 절차에 의하여 전계방출소자의 제작이 이루어지고 평가되었다.

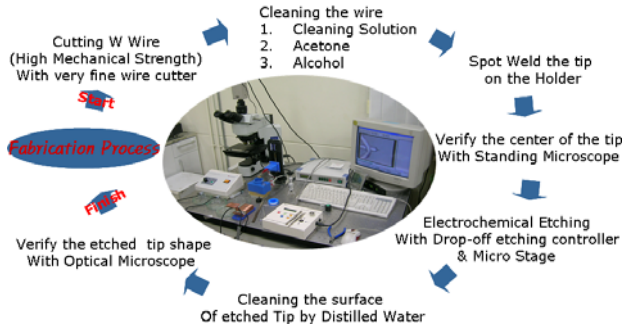


Fig. 1 Fabrication System

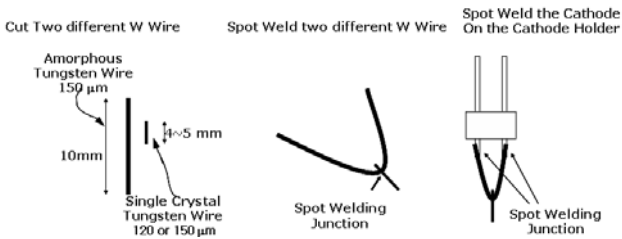
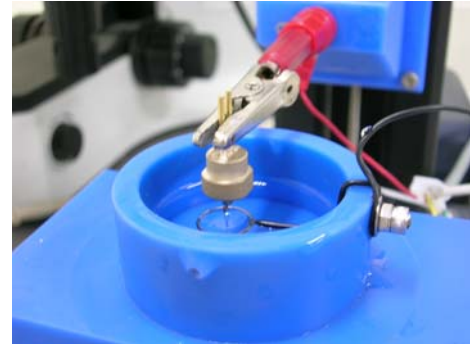


Fig. 2 Spot welding Procedure

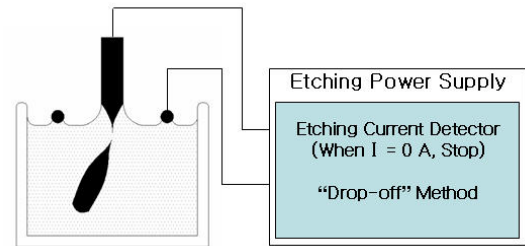
- (1) 두 가지의 텅스텐(비결정질 텅스텐과 다결정 및 단결정 텅스텐)을 Fig. 2와 같이 원하는 길이만큼 자른다.
- (2) 팁홀더에 텅스텐을 장착하기 전에 3가지 방법으로 각각 표면의 불순물을 제거한다: 1) Cleaning solution 2) Alcohol 3) Acetone.
- (3) 홀더에 10mm의 텅스텐을 삼각형 모양으로 점용접을 한 후 실제 전계방출소자로 사용될 짧은 텅스텐을 삼각형 모서리에 점용접한다.
- (4) 홀더에 점용접 된 것을 Fig. 3(a)와 같이 NaOH 전해용액에 담겨져 있는 10mm의 지름을 갖는 링전극(ring electrode)으로 중심을 맞추어서 삽입시킨다. 이 때 사용된 스테이지는 1 μm의 해상도를 가지며 메니스커스(meniscus)가 붕괴되지 않게 조심하여 삽입한다.
- (5) Fig. 3(b)에서 묘사된 컷오프(Cut-off) 시간이 0.1ms 이하로 구성된 에칭컨트롤러(etching controller)를 통하여 팁에 전압을 인가함으로써 전기화학적 부식반응이 일어나기 시작한다.^(3,4,8,9) 부식반응은 Fig. 3(c)와 같다.

- (6) 에칭이 완료된 후 방출소자 부분을 조심스럽게 증류수로 세척한다.
- (7) 제작된 전계방출소자를 광학현미경으로 확인한다.

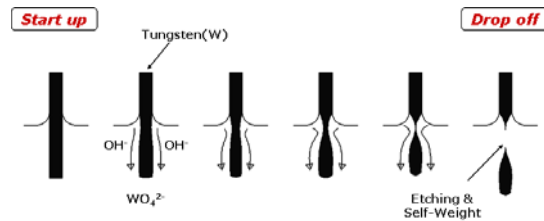
위와 같이 방법으로 제작된 팁은 Fig. 4와 같은 최종 형상을 가진다.



(a) Submerging the tip into the ring electrode in electrolyte



(b) Drop-off method for electrochemical etching



(c) Electrochemical reactions in electrolyte
Fig. 3 Electrochemical Etching procedure

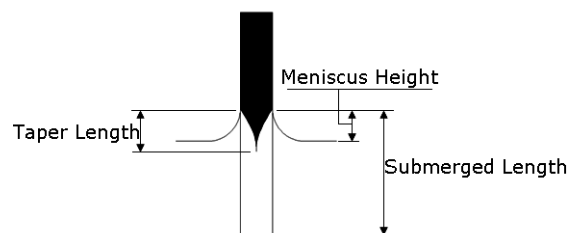


Fig. 4 Final shape of the tip

Table 1 Effective parameters for fabrication

Parameter	Experimental condition
Applied voltage	2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 (Volts)
Submerged length	1, 1.5, 2, 2.5, 3, 3.5, 4, 4.5, 5 (mm)
Concentration of solution	1, 2, 3 (mol/ℓ)
Meniscus Height	low, medium, high
Wire diameter	120, 150 (μm)
Vibration	Vibration damper
Humidity	20%
Temperature	24°C
Cut-off time	less than 0.1 ms

3. 실험

전기화학적 부식에 의한 전계방출소자의 제작에 영향을 미칠 수 있는 변수들은 Table. 1에 정리하였다. 그 중 인가전압(applied voltage), 담근깊이(submerged length), 메니스커스 높이(meniscus height), 그리고 전해용액(electrolyte concentration)은 실험변수로 정의하고 진동, 습도, 온도와 컷오프 시간은 환경적인 변수로 정의하였다. 환경변수들은 초미세 전극의 제작에 관련하여 비교적 큰 영향을 미친다. 따라서 정반을 사용하여 진동을 감소하였고 항온항습을 유지하였다.

3.1 인가전압

인가전압에 따른 테이퍼 길이의 변화는 150μm의 텅스텐와이어를 2mol/ℓ의 NaOH 용액에 2mm 잠근 후 전압을 증가하면서 측정하였다. 인가전압이 증가할수록 짧은 길이의 테이퍼 길이를 갖는 소자가 제작되었고 그 테이퍼 길이는 Fig. 5와 같이 136~204μm로 크게 변화하였다.

3.2 담근 깊이

담근깊이에 따른 테이퍼 길이의 변화는 150μm의 텅스텐 와이어를 2mol/ℓ의 NaOH 용액에 담근 후 전압을 5V로 고정시킨 후 1~5mm까지 깊이를 조절하면서 측정하였다. 실험 결과 Fig. 6과 같이 담근깊이가 증가할수록 어느 정도 테이퍼 길이가 증가하다가 다시 감소하는 경향을 보였다. 담근깊이가 3mm일 때 182μm의 최대 테이퍼 길이를

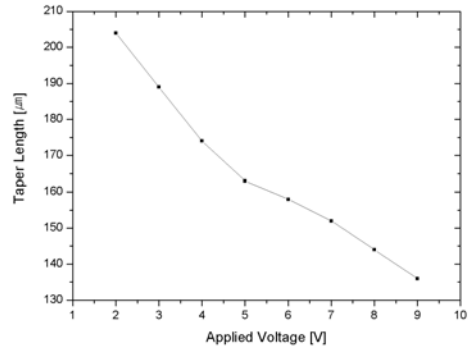


Fig. 5 Taper length variation to the applied voltage

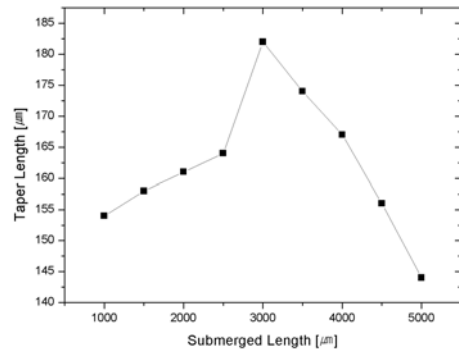


Fig. 6 Taper length variation to the submerged length

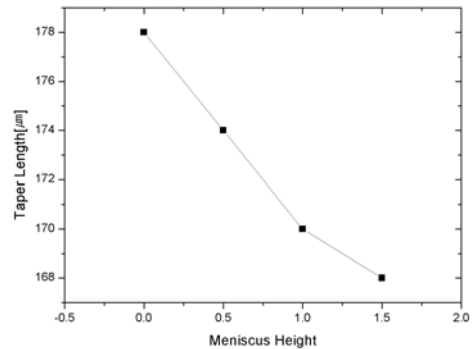


Fig. 7 Taper length variation to the meniscus height

얻을 수 있었고 담근깊이가 아주 짧을 때나 아주 길 때 144μm 또는 153μm의 비교적 짧은 테이퍼 길이를 얻을 수 있었다. 담근깊이에 따른 테이퍼 길이의 변화는 비교적 큼을 알 수 있다.

3.3 메니스커스 높이

메니스커스 높이에 따른 테이퍼 길이의 변화는 150μm의 텅스텐 와이어를 이용하여 2mol/ℓ의 NaOH

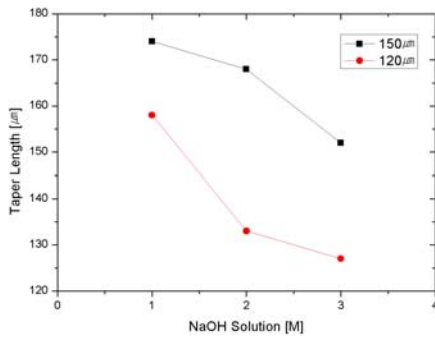


Fig. 8 Taper length variation to the electrolyte concentration

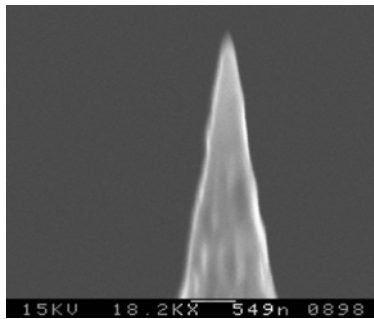


Fig. 9 The apex of the fabricated tip

용액에 담근 후 4V의 전압을 가한 후 메니스커스의 높이를 0부터 1.5mm까지 변화시키면서 측정하였다. 테이퍼 길이의 변화는 168~178 μm 로 변화는 있었지만 큰 차이는 보이지 않았다.

3.4 전해용액의 농도

전해용액의 농도에 따른 테이퍼길이의 변화는 120과 150 μm 의 텅스텐 와이어를 사용하여 와이어를 2.5mm 담근 후 5V의 전압을 인가하고 농도를 1~3mol/l 까지 변화시키면서 측정하였다. 농도에 따른 변화는 120 μm 와이어의 경우 127~158 μm 였으며 150 μm 와이어의 경우 152~174 μm 로 변화하였다.

4. 평가

전기화학적 제조법에 의하여 얻어진 소자들은 일반적으로 좋은 대칭성과 Fig. 9의 SEM 이미지와 같이 날카로운 팁 끝을 얻을 수 있었다. 따라서 제조시스템에서 조절할 수 있는 중요한 이슈는 테이퍼 길이의 변화이다. 제작결과 인가전압과 담근 깊이가 다른 변수들에 비하여 테이퍼 길이의 변화에 큰 영향을 미침을 알 수 있다. 인가전압의

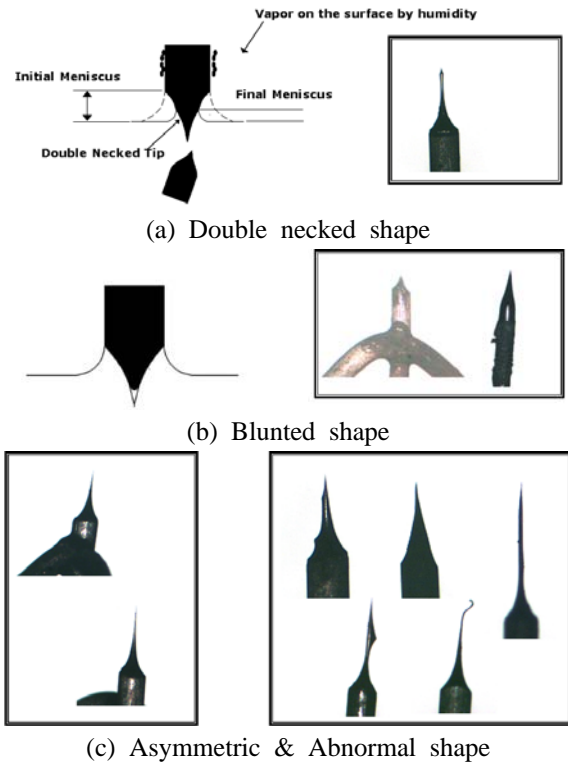


Fig. 10 Failure in shape

경우 너무 낮은 인가전압(2~3V)의 경우는 제작시간이 길어지는 단점이 있고 너무 강한 인가전압(7~9V)의 경우는 링전극 주위에서 수소가스(H_2)가 많이 발생되어 메니스커스의 붕괴를 초래할 위험이 많다.^(3,9) 그리고 담근 깊이의 경우는 4~5mm의 경우는 팁이 아랫부분과 윗부분으로 거의 나누어져 넥킹(necking)이 일어날 때 아랫부분의 무게가 넥킹이 일어나려고 하는 부분의 인장강도강도를 초과함으로써 두 부분으로 분리 시 팁 끝이 손상될 가능성이 높다.^(3,4) 이는 적절하면 좋으나 아주 극미세한 부분에서 일어나는 것이기 때문에 팁 끝이 갑자기 떨어져 나감으로써 소자의 끝부분의 질(quality)에 큰 영향을 미칠 수 있다. 그리고 1~1.5mm의 너무 짧은 길이를 전해용액 속에 노출될 경우는 팁의 아랫부분이 윗부분과 분리가 되지 않을 가능성이 높다.

따라서 최적의 전계방출소자의 형상을 얻기 위하여 위의 조건들은 Table. 2에서 제외되었고 제외되지 않은 부분의 종횡비(aspect ratio)도 1.05~1.21로 적절한 테이퍼 길이를 얻을 수 있었다.

그리고 테이퍼 길이와는 상관없이 형성된 메니스커스가 제조과정 중간에 붕괴될 가능성이 있다. 이는 주로 외부 진동에 의하여 시스템이 불안정

Table 2 Acceptable & Unacceptable region

Applied Voltage[V]	Aspect ratio	Submerged Length[μ m]	Aspect ratio
2	1.36	5000	0.96
3	1.26	4500	1.04
4	1.16	4000	1.11
5	1.09	3500	1.16
6	1.05	3000	1.21
7	1.01	2500	1.09
8	0.96	2000	1.07
9	0.90	1500	1.05
		1000	1.02

할 시 일어날 수 있다. 따라서 가능한 시스템의 진동으로부터 보호받을 수 있도록 시스템을 구성하여 한다.^(3,9) 또한 Fig. 10(a)와 같이 습도가 높을 경우 텅스텐 표면의 미세한 수증기(vapor)가 밀어서 이동하면서 메니스커스를 붕괴함으로써 다른 높이의 메니스커스를 이루어 여러 개의 단(step or double necked)을 가지는 팁을 제작될 수 있다.

그리고 용액의 농도의 경우는 테이퍼 길이, 에칭 시간 그리고 팁 끝의 상태에 영향을 미칠 수 있다. 그 중에 컷오프 시간이 아주 짧을 지라도 높은 농도의 용액에 조금이라도 오래 노출된다면 Fig. 10(b)와 같은 무더진 팁 형상을 얻게 된다. 따라서 제작이 완료된 후 전해용액에 노출되는 시간은 최대한 단축시켜야 한다. Fig. 10(c)는 링전극 안으로의 정확한 삽입이 이루어지지 않았을 경우 발생할 수 있는 비대칭성의 팁 형상과 여러 가지 환경적이 요인이 복합적으로 발생했을 때의 비정상적인 팁 형상을 보여준다.

5. 결론

본 연구에서는 전기화학적 제조법을 통한 최적의 전계방출소자의 제작하기 위한 안정된 전기화학적 시스템을 구성하였다. 그리고 그 제조과정을 자세하게 소개하고 광범위하게 변수들을 조사하여 전계방출소자를 제작하고 평가하였다. 따라서 진동과 습도에 의한 불안정성을 최대한 제한된 환경에서 2mol/l 농도, 4~6V 인가전압과 2~3.5mm의 담근깊이의 조건에서 주로 잘 제작되었다. 결과적으로 전계방출소자에 적합한 형상을 가지는 아주 날카로운 소자가 제작되었다.

후 기

본 연구는 산업자원부 차세대기술개발 사업 및 서울시 산학연 협력사업의 지원으로 수행되었음. (과제번호 10853)

참고문헌

- (1) M. Fotino, 1993, "Tip sharpening by normal and reverse electrochemical etching", *Rev. of Sci. Instrum.*, Vol.64, No.1, pp.159~167.
- (2) A. J. Melmed, 1991, "The art and science and other aspects of making sharp tips", *J. Vac. Sci. Technol. B*, Vol.9, No.2, pp.601~608 .
- (3) J. P. Ibe, P. P. Bey Jr., S. L. Brandow, R. A. Brizzolara, N. A. Burnham, D. P. DiLella, K. P. Lee, C. R. K. Marrian, and R. J. Colton., 1990, "On the electrochemical etching of tips for scanning tunneling microscopy" *J. Vac. Sci. Technol. A*, Vol.8, No.4, pp.3570~3575.
- (4) R. Zhang and D. G. Ivey. 1996, "Preparation of sharp polycrystalline tungsten tips for scanning tunneling microscopy imaging" *J. Vac. Sci. Technol. B*, Vol.14 No.1, pp.1~10
- (5) A. I. Olivia, A. Romero G, and J. L. Pena, 1996, "Electrochemical preparation of tungsten tips for a scanning tunneling microscope" *Rev. of Sci. Instrum.*, Vol.67, No.5, pp.1917~1921.
- (6) E. Abelev, N. Sezin, Y. Ein-Eli, 2005, "An alternative isolation of tungsten tips for a scanning tunneling microscope", *Rev. of Sci. Instrum.*, Vol.76, pp.106105-1~4.
- (7) A. V. Crewe, D. N Eggenberger, J. Wall and L. M Welter, 1968, "Electron gun using field emission source" *Rev. of Sci. Instrum.*, Vol.39, No.4, pp.576~583.
- (8) Y. G. Kim, E. H. Choi, S. O. Gang, 1998, "Computer-controlled fabrication of ultra sharp tungsten tips", *J. Vac. Sci. Technol. B*, Vol.16, No.4, pp.2079~2081.
- (9) A. S. Lucier, 2004, "Preparation and characterization of tungsten tips suitable for molecular electronics studies", *submitted to the degree of master of science*, McGill University.