

주사탐침열현미경의 감도향상을 위한 전체 실리콘 산화막 열전탐침의 열적설계 및 일괄제작

정승필* · 김경태* · 원종보* · 권오명† · 박승호** · 최영기*** · 이준식****
(2008년 1월 7일 접수, 2008년 8월 13일 수정, 2008년 9월 10일 심사완료)

Thermal Design and Batch Fabrication of Full SiO₂ SThM Probes for Sensitivity Improvement

Seung Pil Jaung, Kyeongtae Kim, Jongbo Won, Ohmyoung Kwon, Seungho Park,
Young Ki Choi and Joon Sik Lee

Key Words : Scanning Thermal Microscope: SThM (주사탐침열현미경), Thermo-resistive Probe(열저항 탐침), Thermoelectric Probe(열전탐침)

Abstract

Scanning Thermal Microscope (SThM) is the tool that can map out temperature or the thermal property distribution with the highest spatial resolution. Since the local temperature or the thermal property of samples is measured from the extremely small heat transferred through the nanoscale tip-sample contact, improving the sensitivity of SThM probe has always been the key issue. In this study, we develop a new design and fabrication process of SThM probe to improve the sensitivity. The fabrication process is optimized so that cantilevers and tips are made of thermally grown silicon dioxide, which has the lowest thermal conductivity among the materials used in MEMS. The new design allows much higher tip so that heat transfer through the air gap between the sample-probe is reduced further. The position of a reflector is located as far away as possible to minimize the thermal perturbation due to the laser. These full SiO₂ SThM probes have much higher sensitivity than that of previous ones.

1. 서론 및 연구 배경

나노공학의 급속한 발전과 함께 다양한 나노재료 및 나노소자들이 빠르게 개발되고 있다. 열역학 2 법칙에 따라 나노소자의 동작은 필연적으로 열을 발생시키게 되며 나노재료의 에너지 전달 특성은 종종 벌크(bulk) 재료와 다른 특성을 나타낸다. 따라서 나노스케일에서의 열현상 계측은 나노재료의 특성 및 나노소자의 동작 분석에 있어서 매우 중요하다. 이러한 중요성 때문에 마이크로

및 나노스케일에서의 열현상을 실험적으로 분석할 수 있는 도구인 주사탐침열현미경(SThM: Scanning Thermal Microscope)의 개발 및 이의 활용에 관한 연구가 활발히 진행되어왔다.⁽¹⁾

SThM은 현재 알려진 방법 중 마이크로 및 나노스케일에서의 열물성 즉 온도 및 열전도도(thermal conductivity) 분포를 가장 높은 해상도로 계측할 수 있는 도구이다. Shi 등은 전기적으로 가열된 다중벽 탄소나노튜브(Multi wall carbon nanotube) 주변의 온도를 계측함으로써 SThM의 공간적 해상도가 100 nm 보다 높음을 실험적으로 입증하였다.⁽²⁾ 또한 Rho 등은 SThM의 열전탐침(thermoelectric probe)을 시편과 접촉 시키고 탐침첨단의 나노 열전쌍(thermocouple junction)을 교류전류로 가열하면서 동시에 열전쌍의 온도 진폭을 계측함으로써 시편의 국소 열물성을 이미징할 수

† 책임저자, 회원, 고려대학교 기계공학과
E-mail : omkwon@korea.ac.kr
TEL : (02)3290-3371 FAX : (02)926-9290

* 고려대학교 대학원 기계공학과

** 홍익대학교 기계시스템디자인학과

*** 중앙대학교 기계공학과

**** 서울대학교 기계항공공학부

있음을 실험적으로 보였다.^(3,4) 그러나 지금까지 제작된 열전탐침들은 측정 감도의 측면에서 최적의 디자인이라고 보기 어려우며 개선되어야 할 부분이 많이 있다.

앞서 언급한 Shi 등과 Rho 등에 의해 제작된 기존 SThM 탐침의 경우 캔틸레버(cantilever)는 박막 방향으로 21 W/m-K 정도의⁽⁵⁾ 높은 열전도도(thermal conductivity)를 가진 저응력 실리콘 질화막(low stress silicon rich nitride)으로 제작되어 있고 팁(tip) 높이를 8 μm 이상 제작하기 어려운 저압화학기상증착(LPCVD:Low Pressure Chemical Vapor Deposition)로 적층된 저온산화막(LTO:Low Temperature Oxide)을 습식 식각하는 공정으로 만들어진다. 높은 열전도도와 낮은 팁은 공기와 캔틸레버를 통한 열전달을 유발하기 때문에 탐침의 측정 감도를 떨어뜨리는 중요한 요인이 된다. 그리고 탐침 첨단에 위치한 열전쌍이 피드백 레이저(feedback laser)에 의해 가열되는 문제점 또한 측정 감도를 떨어뜨리는 요인이다. 이러한 디자인은 비교적 쉬운 탐침 제작 공정을 가지지만 국소 온도 또는 열물성 계측에는 불리하다.

본 연구에서는 열전탐침의 측정 감도를 높이기 위해 SThM 탐침 전체를 MEMS 공정에서 사용되는 박막 중에서 가장 열전도도가 낮은 재료인 실리콘 산화막(SiO₂:Silicon dioxide)으로 제작하였으며 동시에 팁의 높이를 증가 시킬 수 있는 새로운 SThM 탐침 제작 공정을 개발하였다. 그리고 캔틸레버와 반사판(reflector)은 피드백 레이저의 영향을 최소화하도록 설계하였다.

2. 열적설계

본 연구를 통해 제작된 SThM 탐침의 개략적인 구조 및 시편과 탐침 사이의 열전달 경로를 Fig. 1에 나타내었다. 시편의 국부 온도 및 열물성의 정량적 측정이 어려운 이유는 시편에서 발생한 열의 상당부분이 탐침 첨단과 시편 사이의 고체 접촉 및 액막을 통해서가 아니라 탐침과 시편 사이의 공기를 통해 전달되기 때문이다. 따라서 공기와 캔틸레버를 통한 열전달량을 줄이는 것은 높은 계측 감도를 가지는 SThM 탐침의 설계 및 제작에 있어서 매우 중요한 문제이다.

2.1 탐침 내부의 1차원 열전도 방정식

탐침의 정상상태 열전달 현상을 나타내는 1차원 열전도 방정식은 식 (1)과 같다.⁽⁶⁾

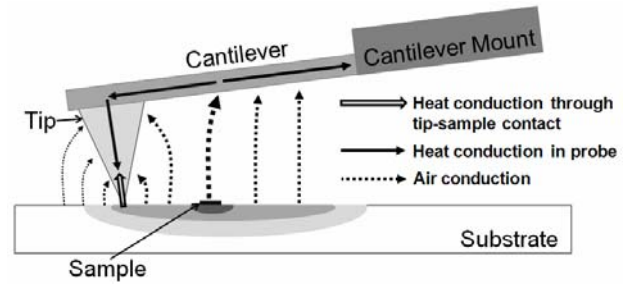


Fig. 1 Schematic diagram of a SThM probe and the heat transfer paths between the tip, cantilever and the sample

$$\frac{d}{dy} \left[\sum (A_i(y)k_i(y)) \frac{dT(y)}{dy} \right] - p(y)h_a(y) \tan \theta (T(y) - T_{sub}) = 0 \quad (1)$$

T_{sub} 는 시편(substrate)의 온도, θ 는 원추형 팁의 각도이며, A_i 와 k_i 는 각각 탐침을 구성하는 물질의 단면적과 열전도도를 나타낸다. p 는 단면을 둘러싼 길이를 의미하며, y 는 탐침 첨단으로부터의 거리이다.

h_a 는 공기에 의한 탐침과 시편 사이의 열전달 계수(air conduction coefficient)로서 탐침과 시편 표면 사이의 거리에 따라 다른 물리적 특성을 가진다. λ 는 공기의 평균자유이동경로(mean free path)의 거리이며 60 nm로 가정하였다.⁽⁷⁾ 그리고 탐침과 시편 표면의 거리가 충분히 큰 경우, 즉 $y/\lambda > 100$ 인 경우에는 공기에서의 온도 구배가 일정하게 유지된다고 가정한다. 이 때의 h_a 는 식 (2)와 같이 표현된다.

$$h_a = \alpha k_a / y \quad (2)$$

여기서 α 는 형상계수(geometry factor)로써 탐침과 시편의 표면이 평행한 두 평면이 아니라 기울어져 있는 형상이므로 이를 보정해주기 위해 사용되며 실험적으로 결정된다. $1 < y/\lambda < 100$ 인 경우 분자간의 충돌빈도가 줄어들게 되어 고체 표면과 공기 사이의 온도가 불연속을 이루게 되므로,⁽⁸⁾ h_a 는 식 (3)과 같이 표현된다.

$$h_a = \frac{\alpha k_a / y}{1 + 2f\lambda / y}; f = \frac{2(2-A)\gamma}{A(\gamma+1)Pr} \quad (3)$$

A 는 열조절 계수(thermal accommodation coefficient)로 공기의 경우 0.9이며 Pr 은 Prandtl 수, γ 는 공기의 열 용량비(ratio of air heat capacity)이다. $y/\lambda < 1$ 경우에 h_a 는 식 (4)와 같다.

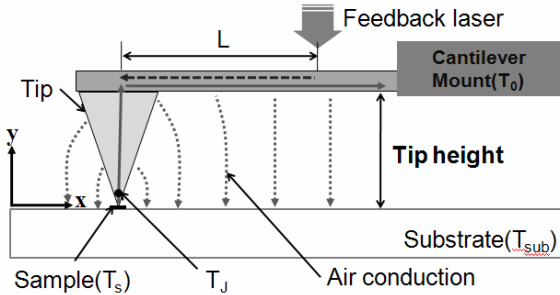


Fig. 2 The heat transfer mechanism for modeling

$$h_a = \frac{\alpha k'_a}{y(1+2f)}; k'_a = CVy/3 \quad (4)$$

이때 C 와 V 는 각각 공기의 단위 체적당 비열 (volumetric specific heat)과 분자의 평균 운동 속도를 나타낸다.

실리콘 몸체와 접하는 캔틸레버 끝단(cantilever mount)의 온도는 실리콘 몸체와 동일하게 대기 온도로 가정하였다. 따라서 본 방정식의 경계조건은 식(5)와 같다.

$$A_i(0)k_i(0) \frac{dT(0)}{dy} = Q_{ts} = G_{ts}(T(0) - T_s), \quad (5)$$

$$T(L) = 0$$

여기서 Q_{ts} 는 첨단-시편의 접촉점을 통한 열유속을 의미하며, G_{ts} 는 첨단-시편의 전도력 (conductance)을 의미한다.

2.2 탐침의 팁 높이와 캔틸레버 재질 변화

온도측정 감도를 향상시키고 공기를 통한 시편과 탐침 사이의 열전달을 줄이기 위해서 Fig. 2 와 같은 열전달 모델을 사용하여 해석하였다. 시편에서 발생하는 열량은 모두 탐침 첨단으로 전달되며 시편과 캔틸레버 끝단의 온도는 상온과 동일하다고 가정하였다.

팁 높이는 탐침에서 계측되는 온도를 변화시킬 수 있는 중요한 요인이다. 팁의 높이가 상승함에 따라 시편과 탐침 사이의 공기를 통한 열전달이 감소하기 때문에 탐침의 첨단에 위치한 열전쌍에서의 계측된 온도는 증가하게 된다. T_j 는 열전쌍의 평균 온도이며 탐침 첨단의 무차원 온도는 식(6)과 같이 정의된다.

$$\phi_j = \frac{T_j - T_\infty}{T_s - T_\infty} \quad (6)$$

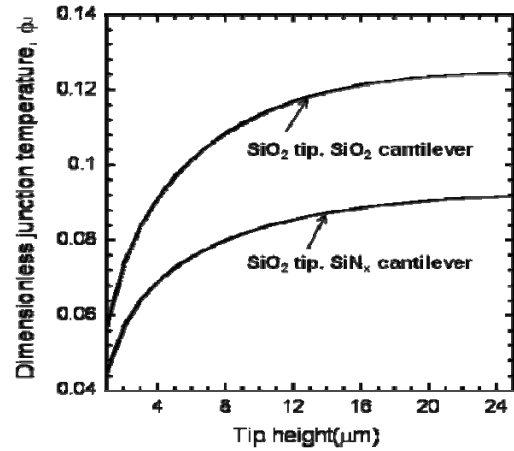


Fig. 3 The Temperature at the thermocouple junction for different tip height and cantilever materials

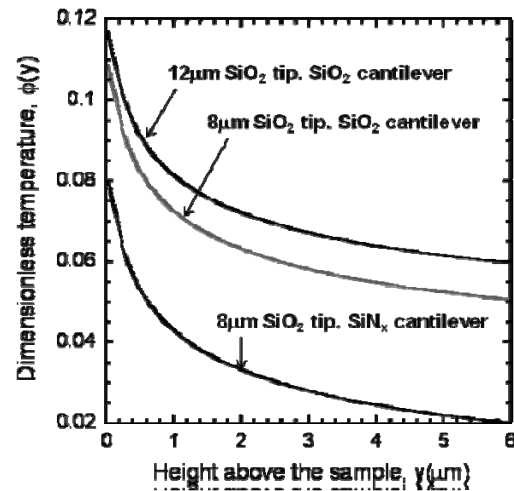


Fig. 4 Temperature distribution in the tip for different tip height and cantilever material combination. The triangular cantilever is 20 μm width, 245 μm long, 1.4 μm thick and metal linewidth is 10 μm .

Fig. 3 은 팁 높이에 따른 탐침 첨단에서의 무차원(normalize) 온도를 나타낸다. 실리콘 질화막 캔틸레버 탐침과 실리콘 산화막 캔틸레버 탐침의 경우, 팁 높이가 20 μm 이상 증가하면 열전쌍에서 측정하는 온도는 더 이상 향상되지 않았다. 그 이유는 시편과 캔틸레버 사이의 거리가 20 μm 이상 증가하면 공기열전도에 의해 손실되는 열이 더 이상 증가하지 않기 때문이다. 팁의 높이가 증가할수록 공기열전도에 의한 열전달이 감소하여 열전쌍에서 측정되는 온도는 향상되지만 12 μm 이상에서 상승하는 탐침 첨단의 온도는 현저하게 줄어드는 것을 볼 수 있다. 또한 12 μm 이상의 팁은 MEMS 공정 특성상 많은 어려움이 있다. 따라서

본 연구진은 성능 및 제작 공정을 고려하여 12 μm 높이의 팁을 설계하였다.

시편로부터 떨어진 거리 y 에 따른 탐침 내부의 온도 분포를 얻기 위해 식 (1)을 전개하였다. 거리 y 에 따른 무차원 온도는 식 (7)과 같이 정의된다.

$$\phi(y) = \frac{T(y) - T_{\infty}}{T_s - T_{\infty}} \quad (7)$$

Fig. 4 는 각기 다른 팁의 높이와 캔틸레버 재질을 지닌 탐침 내부의 온도 분포를 보여준다. 8 μm 높이의 실리콘 산화막 팁과 실리콘 질화막 캔틸레버를 가진 탐침의 경우 탐침 첨단에서 측정되는 무차원 온도는 0.08 이다. 하지만 실리콘 질화막의 열전도도에 비해 10 배 정도 작은 실리콘 산화막을 캔틸레버 재질로 사용한 12 μm 높이의 탐침의 경우 탐침 첨단에서 측정되는 무차원 온도는 약 0.12 이다. 이는 8 μm 높이의 실리콘 산화막 팁과 실리콘 질화막 캔틸레버로 이루어진 탐침의 온도측정 감도보다 1.5 배 정도 향상된 결과이다.

2.3 피드백 레이저의 영향

일반적인 원자력현미경(AFM)을 이용한 표면측정(surface profiling)은 탐침이 시편표면을 주사하는 동안 변하는 피드백 레이저 신호를 감지하여 시편의 표면거칠기(roughness)나 표면형상(topography)을 측정하게 된다. AFM 을 통해 감지되는 레이저는 탐침의 후면 또는 반사판에 반사된 피드백 레이저 신호이기 때문에 레이저에 의한 탐침 가열과 시편(sample)의 가열은 피할 수가 없다. 이런 현상들은 표면측정 결과에는 크게 영향을 주지 않지만 표면측정과 시편의 열물성을 동시에 측정하는 SThM 열전탐침의 경우 온도 또는 열전도도 측정에서 그 측정 감도를 떨어뜨리는 주요한 요인이 된다. 본 연구진은 피드백 레이저에 의한 시편가열과 가열된 반사판에서 팁 첨단 의 열전쌍까지 전달되는 열을 제거하기 위해 반사판과 팁 기저(tip base)를 일정 거리이상 떨어지게 설계하였다. 그리고 팁 기저와 반사판을 직접 연결하여 캔틸레버의 휨(deflection)이 반사판까지 손실 없이 전달될 수 있게 설계하였다.

Fig. 5 는 실리콘 질화막 캔틸레버 탐침과 실리콘 산화막 캔틸레버 탐침의 경우 피드백 레이저에 의해 가열된 반사판과 캔틸레버 끝단 사이에 존재하는 온도 분포를 보여준다. 해석된 결과에 따르면 실리콘 산화막 캔틸레버의 경우 반사판과 팁 기저까지의 거리가 125 μm 떨어지게 되면 레이저의 영향이 완전히 제거됨을 알 수 있다.

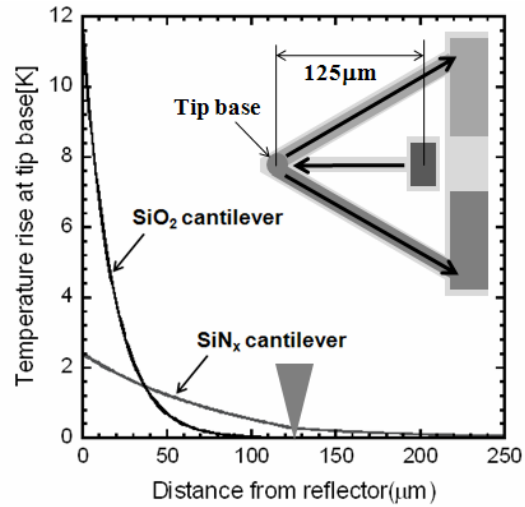


Fig. 5 The temperature profile between reflector and cantilever mount by feedback laser heating in cases of different cantilever materials. The distance between reflector and tip base, L is 125 μm

3. 탐침 제작 공정

앞에서 설명한 열적설계를 고려하여, 캔틸레버 뿐만 아니라 팁 역시 실리콘 산화막으로 제작된 열전 탐침을 만들기 위해 새로운 일괄공정 방법을 개발하였다. 기존의 저온산화막을 습식 식각(wet etch)하여 팁을 제작하는 공정과 달리 실리콘을 비등방성 식각하여 실리콘 팁을 제작한 후 제작된 팁을 산화시키는 방법으로 박막 형태의 산화막 팁을 제작하였다. 본 방법은 필요한 만큼 높은 팁을 제작할 수 있고 기존의 저온산화막공정 방법에서 발생하던 웨이퍼가 휘어지는 문제점을 해결할 수 있었다.

본 연구에서는 시편에서 탐침 첨단으로 전달되는 열의 손실을 최대한 줄이기 위해서 캔틸레버와 금선의 폭과 두께, 그리고 열전쌍의 크기는 공정 가능한 최소 사이즈로 설계 및 제작 하였다. 또한 팁의 높이는 시편과 탐침 사이에서 발생하는 공기를 통한 열전달을 줄이기 위해 공정 가능한 최대 높이로 제작하였다.

본 탐침의 제작공정은 실리콘 팁 제작공정, 팁 첨단화(oxidation sharpening)공정, 산화막 팁 및 캔틸레버 제작공정, 열전쌍 제작공정 마지막으로 기관식각(bulk micromachining) 공정으로 구성되어 있다.

3.1 공정 준비

우선 양면 웨이퍼(double-side polished silicon wafer)의 양면에 500 nm 두께의 LPCVD 저응력 실

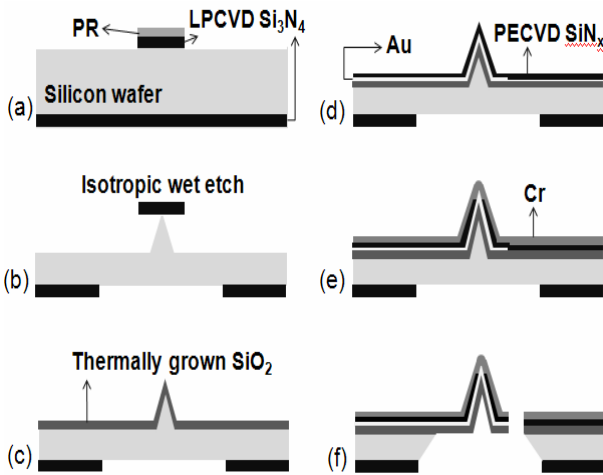


Fig. 6 The schematic of SThM probe fabrication process. (a) pattern SiN_x into $24\mu\text{m}$ in diameter; (b) isotropic wet etch in $\text{HNO}_3:\text{HF}$ until the tip-mask caps fall off; (c) the tip is incorporated into a thermally grown SiO_2 layer; (d) sputter and pattern Au on the wafer, SiN_x on Au by LPCVD; (e) etch SiN_x from the tip and sputter and pattern Cr on the wafer; (f) pattern SiN_x on the front side of the cantilever, release the cantilever in KOH and TMAH

리콘 질화막을 성층하였다. 상면(front side)에 성층된 저응력 실리콘 질화막은 팁 제작 시 질산과 불산(50:1) 혼합용액의 팁 마스크(tip mask)로 사용되며 하면(back side)의 질화막은 캔틸레버를 릴리즈(release)시 수산화칼륨(KOH)과 TMAH(Tetramethyl Ammonium Hydroxide) 용액의 보호막(back side mask)으로 사용된다.

일반적으로 기관식각 공정 과정에서 웨이퍼의 가장자리 부분이 식각 용액에서 쉽게 침범 당하기 때문에 가장자리에서 14mm 이상 떨어진 안쪽 영역만 패터닝하였다.⁽⁹⁾

3.2 실리콘 팁 제작

실리콘 팁을 제작하기 위해 감광제(PR:Photo Resist)를 이용한 포토리소그래피(photolithography) 공정으로 웨이퍼 상면을 패터닝 후 실리콘 질화막을 비등방성 건식 식각(dry etch)하여 팁 마스크를 제작하였다. 노출된 실리콘은 패터닝 질화막 마스크가 떨어지기 전까지 질산과 불산(50:1) 혼합 용액에서 등방성 습식 식각되었다. 이렇게 만들어진 실리콘 팁은 동일한 웨이퍼 위에 만들어졌지만 식각 속도의 불균형으로 인해 부분적으로 제작 완료 시간의 차이가 있었다. 이로 인해 질화막 마스크가 먼저 떨어져 식각 용액에 노출된 팁의 경우 팁 첨단이 무더짐을 확인할 수 있었다. 하지만 질화

막 마스크가 먼저 떨어진 팁의 경우도 저식각율 결정면(Slow-etching crystal planes)이 노출된 상태이기 때문에 $12\mu\text{m}$ 의 팁 높이를 유지할 수 있었다.

3.3 팁 첨단화 공정

제작된 실리콘 팁을 좀 더 뾰족하게 하고 동시에 팁 첨단의 균일성(uniformity)를 확보하기 위해서 비교적 낮은 온도인 950°C 에서 건식 산화법으로 산화막을 350nm 성장시킨 후 완충식각액(BOE:Buffered Oxide Etchant)으로 습식 식각하여 산화막을 완전히 제거하였다.⁽¹⁰⁾ 이는 팁 첨단에서의 내부응력을 유지시켜 팁 첨단에서의 산화막 성장 속도(oxidation rate)를 줄이기 위한 공정으로 더 뾰족한 팁을 얻을 수 있다.

Marcus 등은 질산과 불산 혼합용액에서 생성된 실리콘 팁의 첨단이 특정한 값보다 크면 팁 첨단화(oxidation sharpening)공정 이후 2~4 개의 멀티 마이크로 팁이 생성된다고 보고하였다.⁽⁶⁾ 하지만 우리의 경우 팁 첨단화 공정 후 대부분의 팁이 단일 팁으로 구성되었고 이는 제작된 실리콘 팁 첨단의 뾰족함과 균일성은 확보되었다고 판단된다.

3.4 산화막 팁과 캔틸레버 제작공정

산화에 따른 형상 변화에서 중요한 요소는 산화막 성장 온도이다. 실리콘이 산화되는 동안 산화막의 부피 팽창이 발생하기 때문에 산화막이 성장되기 전의 실리콘 팁과 비교하여 산화막 팁의 형상은 상당히 다르다. 그러나 충분히 높은 종횡비(aspect ratio)를 가지는 형상의 경우 1100°C 이상의 온도에서 박막이 성장하게 되면 산화되기 전의 형상과 거의 동일한 형태의 산화막을 얻을 수 있다.⁽¹¹⁾ 본 연구에서는 뾰족한 산화막 팁과 캔틸레버를 얻기 위해 1100°C 에서 습식 산화법으로 산화막을 $1.4\mu\text{m}$ 성장시켰다. 이렇게 제작된 산화막 팁 첨단의 내구성과 공간 해상도를 검증하기 위해 실리콘으로 제작된 깊이 200nm , 피치(pitch) $10\mu\text{m}$ 인 Veeco 사의 기준시편(standard sample)을 원자력현미경 접촉모드(contact mode)로 주사(scan)하였다. 상업적으로 판매되는 질화막 탐침과 비교하여 제작된 산화막 탐침의 측정 결과 역시 우수하다는 것을 확인할 수 있었다.

3.5 열전쌍 제작공정

산화막 팁과 캔틸레버가 제작된 상면에 100nm 두께의 금을 스퍼터링(sputtering)한 후 패터닝하였다. 그리고 전기 절연을 위해 플라즈마 화학기상 증착(PECVD:Plasma Enhanced Chemical Vapor

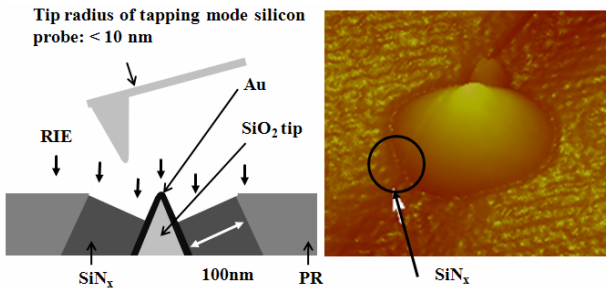


Fig. 7 The schematic diagram of the thermocouple junction fabrication process (left) and the AFM image of the exposed oxide tip coated by Au after etching of PR and PECVD nitride (right)

Deposition)을 이용하여 상면에 100 nm 두께의 실리콘 질화막을 성층한 후 적당한 점성의 감광제를 특정한 회전 속도로 회전하여 팁 첨단까지 모두 도포하였다. 그 후 팁 첨단의 금을 노출시키기 위해서 감광제와 실리콘 질화막을 CF₄ 플라즈마로 동시에 건식 식각(RIE)하였다. 이 때 식각되는 영역의 높이는 감광제의 점성과 회전 도포의 속도뿐만 아니라 건식 식각 시간에 좌우된다. 우리는 식각된 영역의 높이를 AFM 으로 주사하여 높이를 검증하면서 공정을 진행하였다. 이 때 노출된 영역의 크기를 명확하게 파악하기 위해서 실리콘 질화막의 식각비보다 느린 감광제인 AZ4620 을 선택하였다. 그리고 100 nm 의 크롬을 스퍼터링한 후 패터닝하여 열전쌍을 완성하였다. 제작된 나노 열전쌍의 높이는 20 nm 에서 900 nm 까지 다양하게 분포되어 있으며 50%정도의 수율을 가지고 10~300nm 의 범위에서 조절할 수 있었다.

3.6 기판식각 공정

본 제작공정에서 가장 어려웠던 점은 기판식각 공정을 진행하는 동안 실리콘 산화막 캔틸레버(oxide cantilever)를 보호하는 것이었다. 일반적으로 가장 널리 사용되는 KOH 은 우수한 선택비와 식각 균일성을 가지고 있음에도 불구하고 실리콘 산화막을 비교적 쉽게 공격한다.

이에 비해 TMAH 는 실리콘 산화막을 거의 식각하지 않는다고 알려져 있다.⁽¹²⁾ 하지만 실제적으로 TMAH 에서 식각된 대부분의 캔틸레버는 파괴되었다. 이는 TMAH 수용액의 특성상 웨이퍼 전체에서 국부적인 식각 속도 차이가 심해 대부분의 캔틸레버가 기계적인 응력에 의해 부서진 것으로 판단된다. 본 연구진은 위의 용액들의 식각 특성의 장점만을 취하여 두 수용액을 단계적으로 사용하는 새로운 기판식각 공정을 개발하였다.

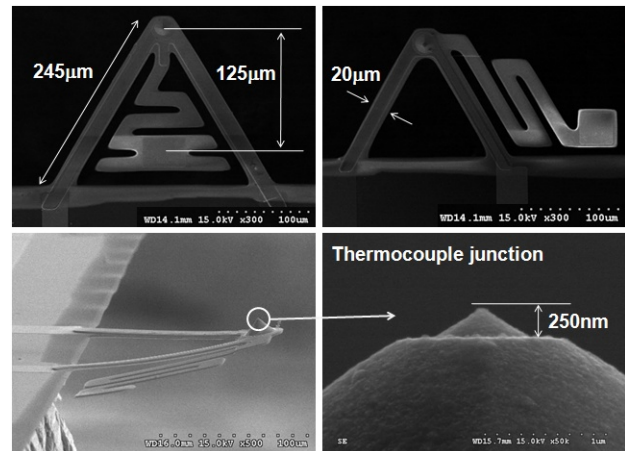


Fig. 8 Scanned electron micrograph (SEM) of SThM probes (upper, lower left), and the Au-Cr junction (lower right) at the end of the tip

우선 웨이퍼 상면 전체를 실리콘 질화막으로 보호한 후 식각될 캔틸레버 주변을 패터닝하여 실리콘 웨이퍼를 노출시켰다. 그리고 산화막 캔틸레버 아래의 실리콘 웨이퍼를 30% KOH 에서 언더컷(undercutting)하는 방법으로 캔틸레버를 릴리즈(release)시켰으며 실리콘 산화막 캔틸레버 위의 실리콘 질화막과 남아있는 실리콘 웨이퍼는 10% TMAH 용액에서 완전히 제거하였다. 이렇게 제작된 산화막 캔틸레버는 95% 이상의 높은 제작 수율을 유지하였다.

4. 열전탐침의 성능 및 특성 실험

Fig. 8 은 실험에 사용된 전체 실리콘 산화막 탐침의 형상과 치수를 보여준다. 제작된 전체 산화막 탐침의 성능을 검증하기 위해 본 실험실에서 2005 년에 제작된 탐침과 비교하였다. 이 탐침은 8 µm 저온산화막 팁과 저응력 실리콘 질화막 캔틸레버로 구성된 탐침으로 2001 년 Shi 등이 제작한 탐침과 유사하게 설계 및 제작되었다. 실험을 위한 시편은 파이렉스 유리(pyrex glass) 위에 폭 6 µm, 7 µm 금선을 패터닝하여 제작하였고 주울(joule)열에 의해 가열된 금속선의 온도는 열저항계수(TCR:Temperature Coefficient Resistance)를 측정하여 계산되었다.

4.1 접촉을 통한 온도측정

제작된 탐침의 온도측정 감도를 이전에 만들어진 탐침과 비교하기 위해 먼저 탐침이 정지 상태인 경우에서의 온도측정 실험을 수행하였다.

Fig. 9 와 Fig. 10 은 각각 8 µm 높이의 산화막 팁과 실리콘 질화막 캔틸레버로 구성된 탐침과 12 µm 높이의 전체 실리콘 산화막 탐침을 상온보다

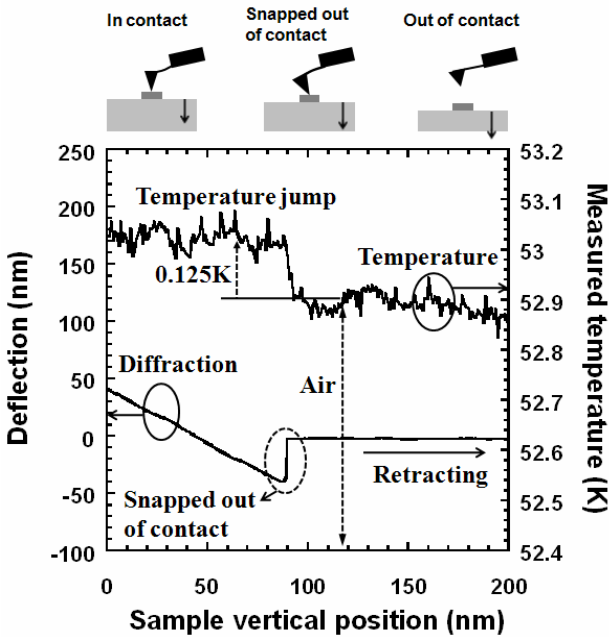


Fig. 9 Cantilever deflection and measured temperature rise as a function of sample vertical position with a SiN_x cantilever probe when the 6 μm wide line was raised toward and then retracted from the tip

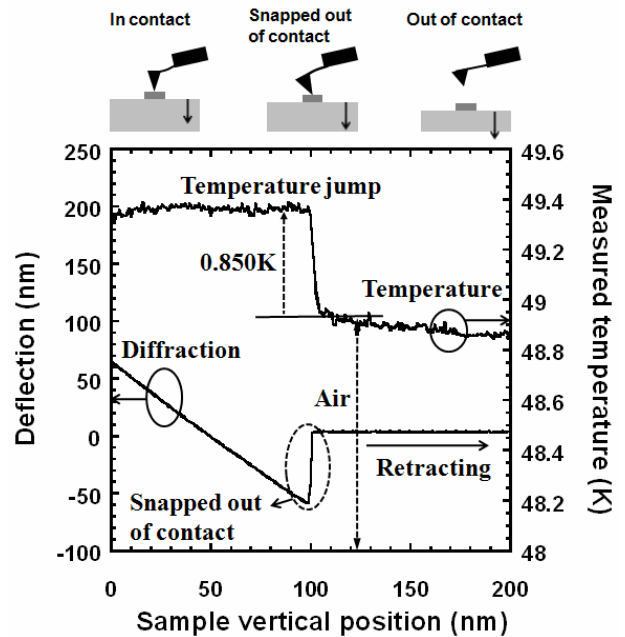


Fig. 10 Cantilever deflection and measured temperature rise as a function of sample vertical position with a full oxide probe when the 6 μm wide line was raised toward and then retracted from the tip

77 K 높게 가열된 시편에 접촉시킨 후 이격(retracting) 시키면서 탐침 첨단에서 계측되는 열전쌍의 온도와 캔틸레버의 휨(deflection)를 측정된 결과이다.

먼저 탐침과 시편이 접촉되어 있을 때(in contact)에는 캔틸레버의 휨 정도, 즉 탐침의 접촉 압력에 따라 첨단에서 계측되는 온도가 거의 변화하지 않음을 볼 수 있다. 이는 시편-탐침간의 접촉 열전달의 대부분을 차지하는 액막을 통한 열전달량이 변하지 않고 또한 캔틸레버와 시편간의 거리도 거의 변화가 없어 캔틸레버와 시편간의 공기를 통한 열전달량도 변하지 않기 때문이다.

탐침이 시편에서 떨어진 이후(out of contact)에는 탐침과 시편간의 직접 접촉에 의한 열전달은 존재하지 않고 캔틸레버와 시편간의 공기를 통한 열전달만이 존재하게 된다. 이것은 상온 부근에서의 시편과 탐침 사이에서 발생하는 현상이므로 시편과 탐침사이의 복사현상(radiation)은 무시하기로 한다. 공기를 통해 측정된 온도 신호는 탐침과 시편간의 거리가 멀어짐에 따라 감소하게 되며 그래프를 통해 높이에 따라 선형적(linearly)으로 감소하는 추세를 볼 수 있다.

그리고 탐침이 시편에서 떨어지는 순간(snapped out of contact)에 온도가 급격히 하강하는 것을 볼 수 있다. 이렇게 발생하는 온도 차이는 위의 두 경우의 차이인 시편과 탐침의 직접 접촉에 의한

열전달량이다. 이전에 제작된 실리콘 질화막 캔틸레버 탐침의 경우 Fig. 10에 나타나 있듯이 이 온도차이는 0.125 K로 계측되었으며 본 연구에서 새롭게 제작된 전체 실리콘 산화막 탐침의 경우 Fig. 11에서처럼 0.850 K로 약 7배 높은 값이 측정되었다. 이렇게 새로운 탐침에서 탐침과 시편간의 직접 접촉에 의한 온도차가 크게 계측된 이유는 두 가지로 설명할 수 있다.

첫번째 이유는 탐침의 열 격리(thermal isolation) 때문이다. 새롭게 제작된 전체 실리콘 산화막 탐침의 경우 이전의 탐침보다 캔틸레버 부분의 열전도도가 낮아 캔틸레버 끝단(mount)으로 빠져나가는 열량이 적고 또한 팁의 높이가 높아 시편과 캔틸레버 사이에서 공기에 의해 발생하는 열전도량이 줄어든다. 결국 같은 조건에서의 기존 탐침에 비해 계측되는 온도신호가 더 크게 되며 이는 측정 감도의 향상을 의미한다.

두번째 이유는 피드백 레이저에 의한 영향이 줄어들었기 때문이다. 본 연구에서 제작된 전체 실리콘 산화막 탐침의 경우, 피드백 레이저가 반사되는 반사면이 탐침의 측정부로부터 125 μm 이상 떨어져 있다. 이전의 실리콘 질화막 탐침의 경우, 탐침과 시편의 측정부 주변이 피드백 레이저에 의해 가열되어 있으며 이 신호가 측정 신호에 포함되어 있다. 하지만 새롭게 제작된 탐침의 경우 이러한 영향이 매우 적다. 이는 측정된 신호의 잡음

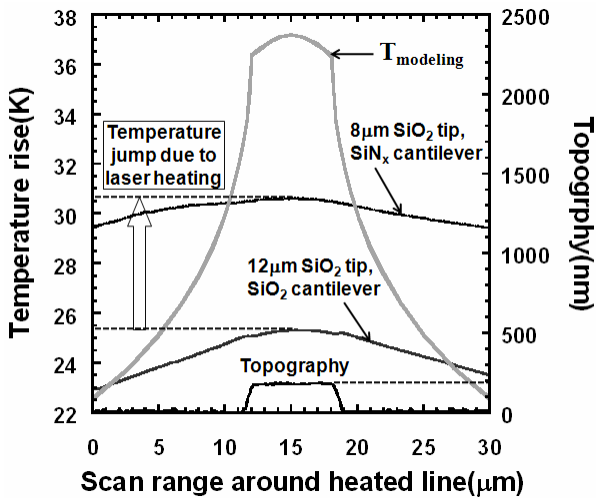


Fig. 11 The modeled temperature distribution of sample and the measured temperature distribution of SiN_x cantilever probe and full oxide probe around electrically heated Au line

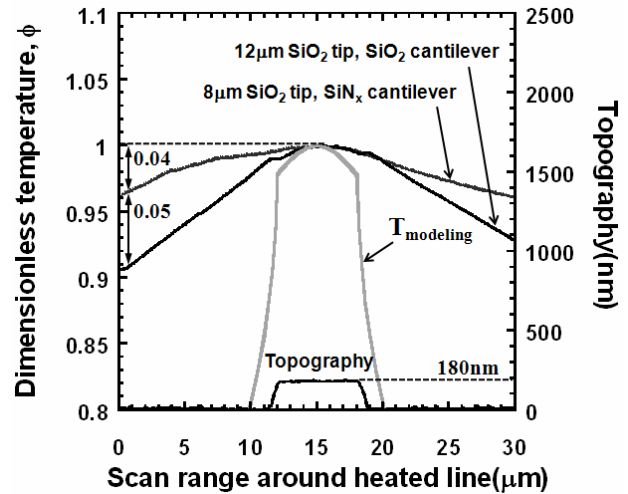


Fig. 12 The dimensionless temperature distribution of the sample and SiN_x cantilever probe and full oxide probe

수준(noise level)이 실리콘 질화막 탐침에 비해 매우 낮은 것으로도 알 수 있다.

4.2 온도 분포 측정

실제 열전탐침을 이용한 온도측정은 탐침이 시편 표면을 주사하면서 수행된다. 이러한 조건에서의 온도측정 감도를 비교하기 위해 탐침을 이동시키면서 유리 시편 위의 온도분포 측정 실험을 수행하였다. 실험에 사용된 시편은 파이렉스 유리(pyrex glass) 위에 폭 6 μm, 높이 180 nm의 금선을 패터닝하여 제작하였다.

Fig. 11은 유리 시편 위에 증착된 금선을 상온보다 약 37 K 높게 가열하여 시편 표면의 온도 분포를 1 차원 해석한 결과와 실리콘 질화막 탐침, 전체 실리콘 산화막 탐침으로 주사하면서 측정된 시편표면의 온도 분포이다.

탐침을 통해 측정된 금속선 위의 온도신호는 금속선 표면과 탐침 첨단과의 접촉점 사이의 열접촉저항(thermal contact resistance)과 접촉 지점에서부터 캔틸레버를 통해 탐침 몸체로 빠져나가는 열량 때문에 실제 금속선 위의 온도 신호보다 낮게 측정되어야 한다. 전체 실리콘 산화막 탐침으로 시편의 온도를 측정해본 결과, 접촉 모드를 통해 측정된 금속선 위의 가장 높은 온도신호는 해석된 금속선 위의 실제 온도신호와 비교하여 그 크기가 약 65% 정도로 나타났다. 그리고 실리콘 질화막 탐침의 경우는 산화막 캔틸레버에 비해 열전도도가 10 배 이상 큰 질화막 캔틸레버와 약 4 μm 낮은 산화막 팁으로 구성되어 있기 때문에 탐침

몸체로 빠져나가는 열이 더 증가하여 측정되는 온도 신호는 더 감소해야 한다. 그럼에도 불구하고 측정된 온도신호는 전체 실리콘 산화막 탐침 보다 금속선 위에서 약 6 K 높게 계속되었다. 이것은 실리콘 질화막 탐침이 새로 제작된 전체 산화막 탐침보다 실제 시편의 온도에 더 가까운 온도를 측정하는 것이 아니라 피드백 레이저에 의한 탐침 가열과 시편 표면의 가열 때문에 측정 되는 온도신호가 상승하는 결과를 가져온 것이다. 이러한 피드백 레이저에 의한 탐침 및 시편 가열은 금속선 위의 온도와 무관하게 탐침에서 측정되는 온도를 비정상적으로 상승시키기도 탐침의 측정 감도를 떨어뜨리는 요인이 된다. 이 영향을 좀 더 자세히 살펴보기 위해 Fig. 11의 결과를 무차원화하여 Fig. 12에 나타내었다.

탐침과 시편 사이의 열접촉저항과 캔틸레버를 통한 열전달 때문에 해석된 실제 시편의 온도는 실험을 통해 얻어진 탐침의 온도신호와 다소 차이를 보이지만, Fig. 12의 결과에서 처럼 전체 실리콘 산화막 탐침으로 측정된 온도신호가 기존 탐침으로 측정된 신호보다 금속선의 온도 분포를 더 잘 표현하고 있다는 것을 알 수 있다. 실리콘 질화막 탐침은 온도신호의 크기가 가장 높은 금속선 가운데서 15 μm 떨어진 지점의 무차원 온도는 약 0.04 정도 떨어졌으며 전체 실리콘 산화막 탐침으로 측정한 무차원 온도는 0.09 까지 감소하였다. 이러한 차이는 앞의 실험에서도 언급했듯이 기존의 실리콘 질화막 탐침의 경우 측정부 주변이 피드백 레이저에 의해 가열되어 있으며 또한 탐침의 열 격리가 충분치 않기 때문이다.

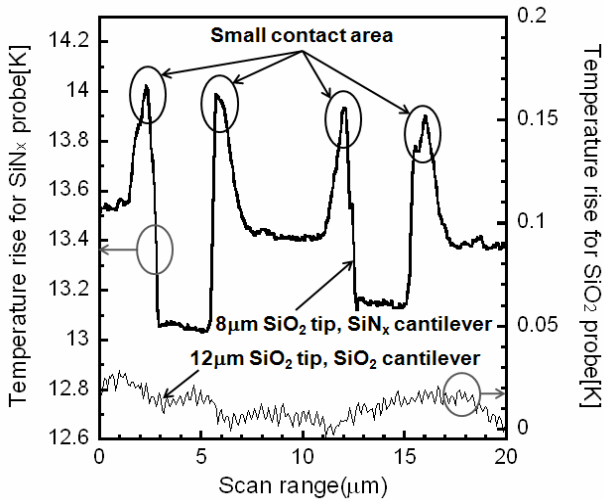


Fig. 13 The temperature distributions of silicon substrate measured by the different probes that were heated by feedback laser. The sample, which was made of silicon, has 200 nm depth and 10 μm pitch

위의 결과로부터 전체 실리콘 산화막 탐침의 경우 실리콘 질화막 탐침과 비교하여 공기를 통한 열전달과 레이저에 의한 영향이 감소하여 실제 시편의 온도 분포 형상에 가깝게 측정된 것으로 판단된다.

4.3 피드백 레이저에 의한 탐침 가열

탐침이 피드백 레이저에 의해 상온 이상으로 가열되어 있다면 탐침이 시편에 접근할 때 가열된 탐침과 시편사이에서 열전달량이 증가하여 탐침의 온도가 떨어지고 반대로 탐침이 시편에서 멀어지게 되면 탐침의 온도는 상승하게 된다. 따라서 상온의 시편을 가열된 탐침을 이용하여 온도 분포를 측정하게 되면 시편의 단차에 따라 측정되는 온도는 변하게 되고 마치 시편의 표면형상(topography)과 유사한 형태의 온도 분포곡선이 나타날 것이다.

Fig. 13 은 실리콘으로 제작된 깊이 200 nm, 피치 (pitch) 10 μm 의 가열되지 않은 상온의 시편을 전체 산화막 탐침과 실리콘 질화막 캔틸레버 탐침으로 주사하면서 탐침 첨단 온도 측정 결과이다. 실리콘 질화막 탐침의 경우 시편을 통한 열전달이 발생하여 시편 형상과 유사한 온도 분포가 측정되었다. 반면에 실리콘 산화막 탐침의 경우 시편 형상에 따른 온도 변화는 없었으며 측정된 온도는 주사되어진 전 영역에서 상온을 유지하였다.

Fig. 14 는 시편의 금선을 상온보다 약 25 K 높게 가열한 후 실리콘 질화막 탐침과 전체 실리콘 산화막 탐침으로 측정된 시편 표면의 무차원 온도

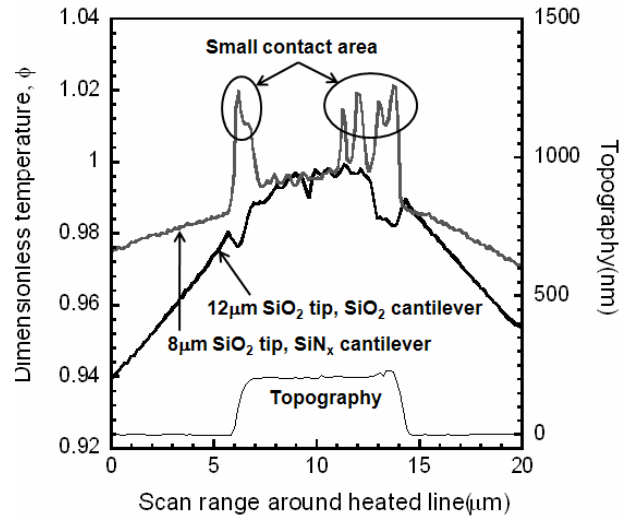


Fig. 14 The measured temperature distribution around electrically heated Au line with SiN_x cantilever probe and full oxide probe

분포를 보여준다. 실험에 사용된 시편은 파이렉스 유리(pyrex glass) 위에 폭 7 μm , 높이 200 nm 인 금선을 패터닝하여 제작하였다. 측정되는 시편의 형상에 따른 피드백 레이저의 영향을 효과적으로 관찰하기 위해 인위적으로 금선 위 표면거칠기(roughness)가 좋지 않은 영역을 선택하여 주사하였으며 신호대비 잡음비를 줄이기 위해서 비교적 낮은 온도로 시편을 가열하였다.

실리콘 질화막 탐침의 경우 피드백 레이저에 이미 가열된 상태이기 때문에 Fig. 13 과 Fig. 14 에 서처럼 금선 위 표면이 매끄럽지 못한 지점과 금선과 파이렉스 유리의 경계 지점 등의 접촉면적이 작은 영역에서 온도 신호가 갑자기 상승하는 볼 수 있다. 급격한 온도 변화의 원인은 이러한 지점에서 첨단과 시편사이의 접촉점의 면적이 변화하여 접촉점을 통한 열전달량이 민감하게 반응하였기 때문이라고 판단된다. 반면 실리콘 산화막 탐침의 경우 Fig. 14 에서 보이는 것처럼 접촉면적이 작은 영역에서는 금선에서 탐침으로의 접촉 열전달량이 줄어들어 실리콘 질화막 탐침과는 반대로 온도 신호가 떨어지는 것을 볼 수 있다.

위와 같은 분석을 통해서 탐침과 시편을 동시에 가열하여 탐침의 계측 감도를 떨어뜨리는 피드백 레이저의 영향이 효과적으로 제거되었다고 결론지을 수 있다.

5. 결 론

본 연구에서는 탐침과 시편 사이의 공기 전도를 줄

이고 탐침과 시편을 동시에 가열하여 탐침의 열물성 계측을 어렵게 하는 피드백 레이저의 영향을 제거하는 새로운 탐침 설계 및 제작 공정을 개발하였다.

제작된 탐침은 전체가 열전도도가 낮은 실리콘 산화막으로 제작되었으며 캔틸레버 부분과 시편 사이에서 발생하는 공기를 통한 열전달을 최소화하기 위해 팁 높이를 12 μm 로 증가시켰다.

일반적으로 실리콘 산화막은 내구성(durability)이 매우 취약하기 때문에 실리콘 산화막 캔틸레버 제작 과정은 매우 까다롭고 제작 수율 역시 상당히 낮다고 보고된다.⁽¹²⁾ 그러나 본 연구에서 개발된 2 단계 기판식각법을 통해 95% 이상의 높은 캔틸레버 제작 수율을 유지할 수 있었다.

새로 개발한 탐침을 이용해 상온보다 77 K 높게 가열된 시편에 대한 온도측정을 수행한 결과 측정된 온도신호가 이전에 제작된 탐침에 비해 약 7 배 높게 측정되었다. 또한 금속선 주위의 온도 분포 주사와 상온의 시편에 대한 접촉 실험을 통해 탐침의 계측 감도를 떨어뜨리는 피드백 레이저의 영향이 효과적으로 제거되었음을 확인하였다.

하지만 본 연구를 통해 제작된 탐침은 개선되어야 할 부분이 많이 있다. 제작과정에서 탐침의 팁 기저부분이 단선(open)되는 현상이 발생하여 작동하는 탐침은 5 % 이하의 낮은 제작 수율을 보였다. 또한 성공적으로 제작된 산화막 탐침의 경우도 기존 탐침과 비교하여 공기를 통한 열전달의 영향이 현저히 감소시켰지만 그 영향을 완전히 제거하기는 힘들었다. 이를 극복하기 위해 현재 확보된 탐침의 제작기술을 바탕으로 높은 제작 수율의 열전탐침 제작에 관한 연구와 공기를 통한 열전달을 완전히 제거하여 나노스케일의 열물성을 정량적으로 측정할 수 있는 측정 기법에 관한 연구도 진행되고 있다.

후 기

본 연구는 서울대학교 마이크로열시스템연구센터(ERC)와 한국표준과학연구원(KRISS)의 지원을 받아 수행되었으며 제작 공정과정에서 도움을 주신 서울대학교 반도체공동연구소(ISRC)에 감사 드립니다.

참고문헌

- (1) Majumdar, A., 1999, "Scanning Thermal Microscopy," *Annu. Rev. Mater. Sci.*, Vol. 29, pp. 505~585.
- (2) Li Shi, Ohmyoung Kwon, Andrew C. Miner, and A. Majumdar, 2001, "Design and Batch Fabrication of Probes for sub-100 nm Scanning Thermal Microscopy," *J. MEMS*, Vol. 10, No. 3, pp. 370~378.
- (3) Hee Hwan Roh, Joon Sik Lee, Dong Lib Kim, Jisang Park, Kyeongtae Kim, Ohmyoung Kwon, Seung Ho Park Young Ki Choi, and Arun Majumdar, 2006, "Novel nanoscale thermal property imaging technique: The 2ω method. I. Principle and the 2ω signal measurement," *J. Vac. Sci. Technol. B*, Vol. 24, No. 5, pp. 2398~2404.
- (4) Hee Hwan Roh, Joon Sik Lee, Dong Lib Kim, Jisang Park, Kyeongtae Kim, Ohmyoung Kwon, Seung Ho Park Young Ki Choi, and Arun Majumdar, 2006, "Novel nanoscale thermal property imaging technique: The 2ω method. II. Demonstration and comparison," *J. Vac. Sci. Technol. B*, Vol. 24, No. 5, pp. 2405~2411.
- (5) Kim, S. U., B. Lee, Kim, K., Kim, J. H., Lee, S. K., Kwon, O., Lim, K. S. and Lee, J. S., 2007, "Thermal Conductivity Measurement for Diamond Thin Film using Modified 3ω Method," *The Eighteenth International Symposium on Transport Phenomena, Daejeon, KOREA*.
- (6) Li Shi, and A. Majumdar, 2002, "Thermal Transport Mechanisms at Nanoscale Point Contacts," *J. Heat Transfer*, Vol. 124, No. 2, pp. 329~337.
- (7) Rohsenow, W., and Choi, H., 1961, *Heat, Mass, and Momentum Transfer*, Prentice-Hall, Englewood Cliffs, NJ
- (8) Roark, R. J., and Young, W. C., *Roark's Formulas for Stress and Strain*, McGraw-Hill, NY., 1989.
- (9) Albert Folch, Mark S. Wrighton, and Martin A. Schmidt, 1997, "Microfabrication of Oxidation-Sharpended Silicon Tips on Silicon Nitride Cantilever for Atomic Force Microscopy," *J. MEMS*, Vol. 6, No. 4, pp. 303~306
- (10) Marcus, R. B., Ravi, T. S., Gmitter, Chin, T., Liu, K., D. Orvis, W. J., Ciarlo, D. R., Hunt, C. E. and Trujillo, J., 1990, "Formation of silicon tips with <1 nm radius," *Appl. Phys. Lett.* Vol. 56, No. 3, pp. 236~238
- (11) Albercht, T. R., Akamine, S., Carver, T. E. and Quate, C. F., 1990, "Microfabrication of cantilever styli for the atomic force microscope," *J. Vac. Sci. Technol. A*, Vol 8, No.4, pp. 3386~3396
- (12) Osamu Tabata, Ryouji Ashi, Hirofumi Funabashi, Keiichi Shimaoka and Susumu Sugiyama, 1992, "Anisotropic etching of silicon in TMAH solutions*," *Sensors and Actuators A*, Vol. 34, pp. 51~57.