

Microfluidic LOC 시스템

^{1,2}김현기, ¹구홍모, ¹이양두, ²이상열, ³윤영수, ¹주병권

¹한국과학기술연구원 마이크로시스템센터, ²연세대학교 전기전자공학과, ³건국대학교

E-mail: takion@kist.re.kr

Microfluidic LOC System

^{1,2}Hyun-ki Kim, ¹Hong-mo Gu, ¹Yang-du Lee, ²Sang-yeol Lee, ³Young-soo Yoon,

¹Byeong-Kwon Ju

¹Micro-system center, KIST, ²Div. of Electrical and Electronic Engineering, Yeonsei Univ, ³Konkuk Univ.

Abstract

In this paper, we used only PR as etching mask, while it used usually Cr/AU as etching mask, and in order to fabricate a photosensor has the increased sensitivity, we investigated on the sensitivity of general type and p-i-n type diode. we designed microchannel size width max 10um, min 5um depth max 10um, reservoir size max 100um, min 2mm. Fabrication of microfluidic devices in glass substrate by glass wet etching methods and glass to glass fusion bonding. The p-i-n diode has higher sensitivity than photodiode. Considering these results, we fabricated p-i-n diodes on the high resistive(4k Ω ·cm) wafer into rectangle and finger pattern and compared internal resistance of each pattern. The internal resistance of p-i-n diode can be decreased by the application of finger pattern has parallel resistance structure from 571 Ω to 393 Ω .

Key Words : fluorescence detection, microchannel, P-I-N photo-diode.

1. 서론

90년대 중반 이후 등장한 Microelectronics 기술의 도입으로 Biochip이라는 분자생물학 도구가 개발되었고, 현재 Biochip은 21세기 첨단 융합 기술의 가장 대표적인 것으로 꼽히고 있다. 지난 10년간 분석 장비의 소형화는 분석분야에서 주된 연구 분야였다[1]. 이러한 방향으로 연구가 진행된 이유는 초소형 장치의 사용으로 값비싼 시료의 소모량을 줄임으로써 분석에 드는 비용의 절감과 분석에 의해 발생하는 환경 유해 물질의 배출과 분석시간을 크게 단축시킬 수가 있기 때문이다. Bio chip중에서 LOC(Lab On A Chip)는 분석에 필요한 모든 과정이 하나의 칩 위에서 이루어지므로 이를 제작하기 위해서는 MEMS 공정기술이 이용된다. Protein chip은 최근 Micro-array protein chip이

의약품 연구의 첨단 유망분야로 인식됨에 따라 단백질의 상호작용 연구 및 HTS(High Throughput Screening) drug screening을 위한 기술개발이 가속화되고 있다. Protein chip은 형광검출법을 비롯하여, 전하검출법, 전기화학적 검출법, 기계적 검출법 등을 이용해 미세신호를 광학, 전기, 주파수 등의 신호로 변환, 증폭시키는 방법의 신호탐지기술을 이용하고 있다[] 현재 검출에 이용되는 마이크로 칩의 경우 채널의 깊이가 얇아 광 투과 거리가 짧기 때문에 형광 검출시 낮은 감도의 문제점을 갖고 있다. 그래서 이러한 문제를 해결하기 위해 마이크로 칩 내부에 U 자형 검출 셀을 제작하여 광 투과 거리를 증가시켰다[2][3]. 초소형 분석을 위해 지금까지는 기존의 유리 식각용 마스크로 Cr/Au를

많이 사용하였으나 공정시간도 많이 걸리고 단가도 비싸다는 단점이 있다. 또한 형광검출법은 LOC에서 가장 많이 사용되고 감도가 우수한 검출 방법 중의 하나이다,

본 연구에서는 집적화된 LOC 칩 제작을 위해 glass기판위의 채널형성과 glass 와 silicon간의 본딩 그리고 다이오드 제작을 하였다. 채널을 형성하기 위해서는 PR(photoresist)을 이용해 공정의 단순화와 단가를 줄일 수 있었다, 또한 상하부의 두 기판간의 접합을 위해 여러 가지 접합 방법 중 정전 열 접합과 퓨전 접합의 두 가지 접합 방법을 사용하였다[7-9]. 광센서로서는 광센서의 감도에 대한 평가를 바탕으로 고저항 기판을 사용한 p-i-n 다이오드를 설계, 제작하였다[4-6].

2. 실험

2.1 LOC시스템의 제작

그림 1은 LOC chip의 구조 단면도와 마스크 설계 패턴 사진이다.

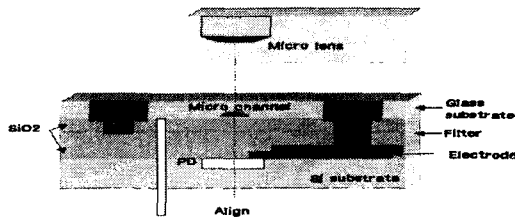
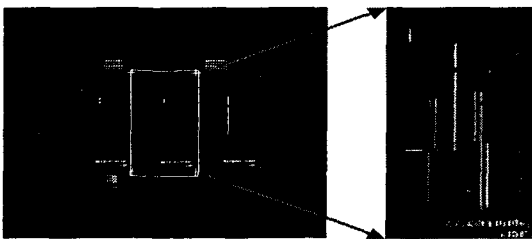
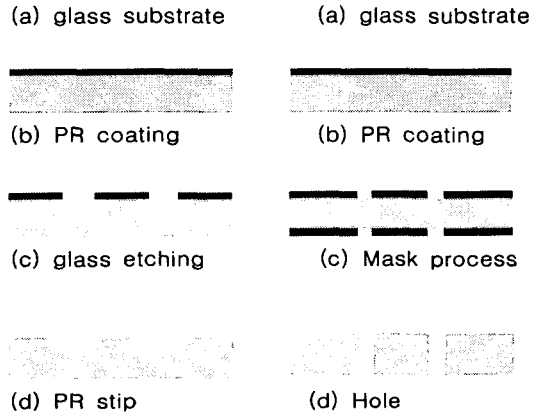


그림 1. LOC chip의 단면도와 마스크 패턴 사진.
Fig 1. LOC chip's cross view and mask pattern

그림1에서 볼 수 있듯이 본 실험은 집적화된 LOC의 제작을 위해 실리콘기판위에 광센서로서 다이오드와 원하는 파장만을 통과시키는 광 필터를 제작하였으며 시료의 주입부와 유로를 위해 유리기판위에 마이크로채널을 형성하였다. 이 두기판의 접합으로 광검출용 다이오드가 집적화된 LOC system의 제작이 이루어 졌다. 아래의 그림 2는 형

광검출에 적합한 LOC 모듈을 제작하기 위한 하부 유리 기판 위의 channel 형성 과 홀 형성을 위한 공정 순서도를 보인 것이다. A와 B는 각각 채널의 형성 과 홀 형성의 순서도이다.



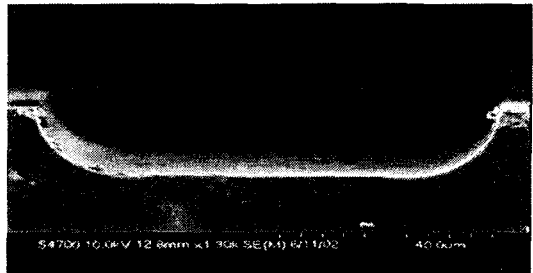
A. 마이크로 채널 형성 B. 홀 가공

■ Photo resist

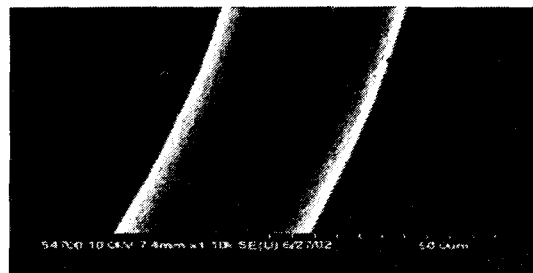
□ cornig 7740 glass substrate

그림 2. 마이크로 채널형성과 홀 가공도.

Fig 2. process chart of micro-channel and hole



(a) cross view



(b) top view

그림 3. 가공된 채널의 SEM 측정사진

Fig 3. SEM of micro-channel

그림 3(a)와 (b)는 각각 채널의 단면도와 곡선부분의 평면도의 SEM(scanning electron microscopy)이다. 사진에서 볼 수 있듯이 유리는 등방성으로 식각이 되므로 마스크 상의 채널 폭인 10um보다는 폭이 넓은 30um의 폭을 가진 그림(a)와 같은 단면도를 볼 수 있다.

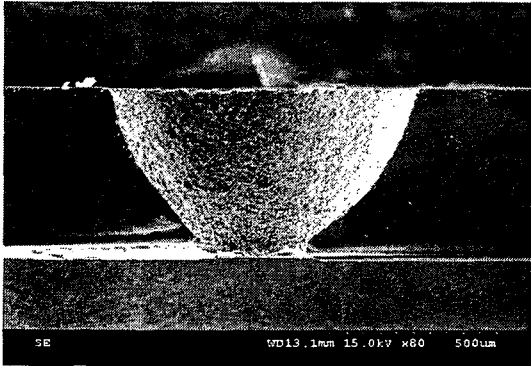


그림 4. 홀 단면의 SEM 측정사진
Fig 4. SEM of the hole cross view

그림 4는 sand-blaster로 시료가 주입될 reservoir를 가공한 홀의 단면을 SEM으로 측정한 사진이다. sand-blaster로 공정할 경우 가공이 간단하고 시간이 적게 걸리지만 홀의 표면이 상당히 거칠다. 이런 이유로 시간은 조금 더 걸리지만 표면의 거칠기를 좀더 줄일 수 있는 습식 식각방법을 많이 이용한다. 그림 1의 설계된 마스크로 채널을 위의 공정도에 의해 실험한다. 형성된 채널 내에서의 형광 검출을 위해 광 검출부는 그림 1의 마스크에 따라 제작한다. 본 연구에서는 사용된 실리콘 기판은 4000Ω·cm의 비저항을 갖는 (100)결정방향의 n형 기판을 사용하였다. 사용된 다이오드는 finger형으로, p+층과 n+층을 엇갈리게 삽입한 것은, 측면 공핍층을 사용하기 위한 것으로 전체 공핍영역의 넓이를 고려하여 설계하였다. 그림 5와 같이 형광체 측정을 위해, 형광체가 흐르는 마이크로 채널 상에 제작되었다. 광 다이오드의 크기는 채널(폭: 50μm)의 형성을 위해 glass 식각시 채널의 폭이 넓어지는 것을 고려하여 폭은 75μm, 길이는 1mm로 설계되었다. finger형 다이오드는 12개의 다이오드를 병렬 배치하였으며, n형과 p형 사이의 거리는 10μm로 설계하여, n형과 p형 사이가 모두 공핍되도록 설계하였다. 또한 n형의 도핑깊이를 p형의 도핑깊이보다 깊게 하여 finger에서 발생하는 손실부분을 최소화하였다. 또한 일반형태 다이오드와 finger형 다이오드 모두 바이어스시에 접촉저항에 의한 전압감소를 줄이기 위하여 20μm×20μm 크기의 contact hole을 병렬로 배치하였다.

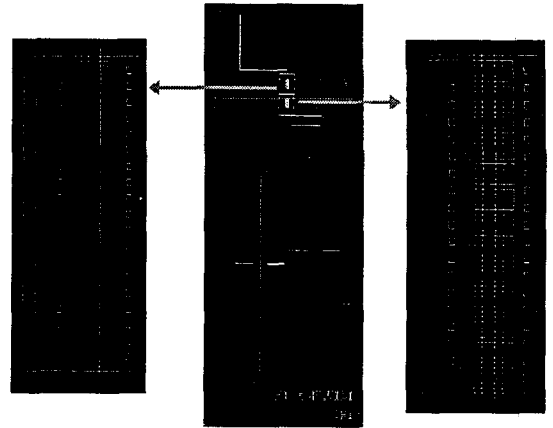


그림 5. 설계된 p-i-n형 광 다이오드.
Fig 5. designed p-i-n type optical diode.

소자의 제작 후에 전압을 인가하기 위한 via hole을 LOC chip의 측면 쪽에 배치함으로써 와이어 본딩 시에 와이어의 길이가 과도하게 길어지는 것을 방지하였다.

채널부와 검출부의 두 기판을 접합하기 위해서 우선 표면의 상태를 가장 깨끗하게 하기 위해서 두 기판들을 세척하고 난후 제작된 채널과 시료 주입을 위한 홀이 가공된 상부유리를 fusion 접합 기술과 정전 열 접합기술을 이용하여 접합하였다.

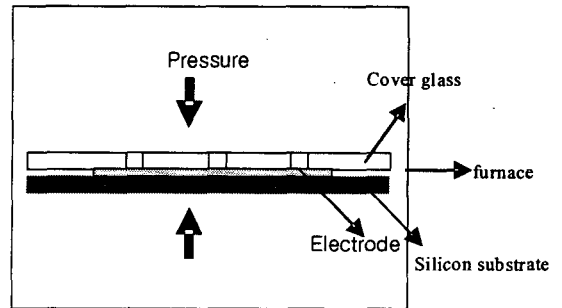


그림 6. Fusion 접합 장치의 도식도
Fig 6. schematic of Fusion bonding

그림 6은 채널을 형성한 상부 기판과 검출을 하기 위해 다이오드가 올라간 하부기판을 Fusion 접합에 사용되는 접합 장치의 구조도이다. 첫번째 본딩 시 300°C 1000V에서 실리콘과 유리기판을 정전열 접합으로 붙인 후 두 번째 본딩을 할 때 위의 그림의 장비를 이용하여 질소 분위기에서 650°C에서 4시간을 유지하여 열로서 접합을 하였다. 유리가 softening(560°C) 포인트를 넘어서면 유리의 계면이 물러지므로 이러한 유리의 특성을 이용하여서 실리콘과 유리를 붙이는 것이다.

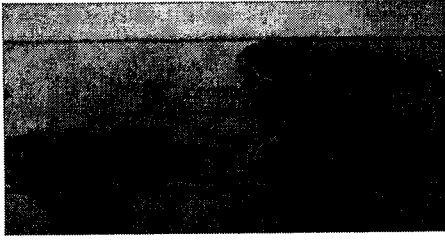
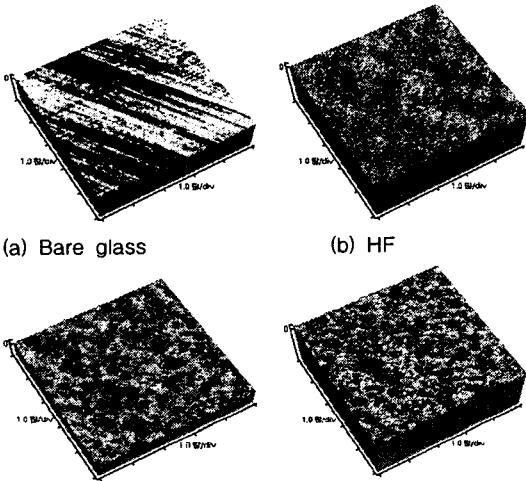


그림 7. 완성된 마이크로 칩
Fig 7. Fabricated micro chip

그림 7은 앞에서 이루어진 공정의 의해 완성된 마이크로 칩이다. 압력 3328dyn/cm^2 , 28.6초 동안 칩 내부로 주입된 유량이 흐르며 채널 내에서 diffusion이 되는 것을 확인하였다.

3. 결과 및 고찰

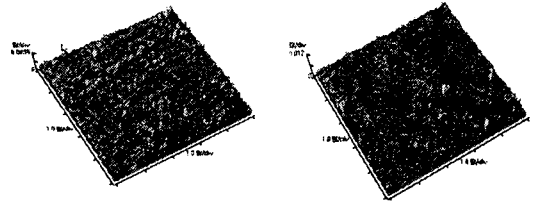
습식 식각방법을 이용하여 식각된 유리기판의 표면 거칠기를 AFM측정한 것이다.



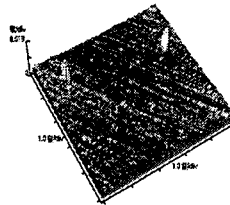
(a) Bare glass (b) HF
(c) HF : HNO (d) HF : HCl
그림 8. 식각된 유리 기판의 AFM측정 사진
Fig 8. AFM of the etched glass substrate

그림 8는 유리 표면의 AFM(atomic force microscope)측정 사진이다. 그림에서 알 수 있듯이 식각 용액으로 불산을 사용하였을 때 표면 거칠기 증가량이 적음을 알 수 있다. 식각 용액에 따라서 기판의 표면 상태가 차이가 난다. 기존의 식각 마스크로서 Cr/Au를 사용을 하는데 이러한 경우에 본 실험에서 제시한 PR을 사용한 것 보다 공정 단계와 시간이 많이 걸리고 또한 단가 역시 비싸다. 그리고 각각의 마스크로 식각시의 기판의 표면 거칠기를 본 연구에서 실험하였다. 그림 9는 Bare

glass 와 식각마스크로 사용된 Cr 과 PR을 사용한 후 에칭한 후 다음 AFM을 사용하여 측정하였다



(a) Bare glass (1.03nm) (b) PR coating (1.37nm)



(c) Cr (1.48503nm)

그림 9. 유리기판의 표면 거칠기 비교

Fig 9. compare with RMS of the glass substrate

에칭한 후 거칠기를 비교하였고 비교결과 식각 마스크가 Pr을 사용하였을 경우 실험한 결과 식각 용액에서 1분 50초(20um) 정도 전이나 우리가 실험할 조건은 12um정도이므로 본 실험에 사용할 경우 상당히 우수함을 확인하였다. 실험결과 Cr인 경우 두께가 두껍고 밀도가 높을수록 오래 전이나 에칭한 후 유리기판의 표면 거칠기 비교결과는 PR을 사용한 것이 뛰어난을 알 수 있었다. 용액별로 식각한 기판의 AFM측정값들을 표1에서 정리하여 놓았다.

Table 1. compare with surface as etchant

Table 1. 식각액에 따른 표면상태 비교

[단위 : nm]

		bare	HF (50%)	질불산 (1:3)	염불산 (1:6)
1	Rp-v	5.737	5.371	18.55	19.19
	Rms	1.083	1.021	3.541	4.121
2	Rp-v	5.249	4.517	13.79	21.36
	Rms	0.979	0.9228	2.850	3.996
3	Rp-v	5.249	5.005	17.46	23.93
	Rms	1.115	0.9779	2.870	4.774
4	Rp-v	6.836	6.592	11.47	24.90
	Rms	1.214	1.208	2.508	4.792
평균	Rp-v	5.767	5.371	15.31	22.345
	Rms	1.097	0.987	2.942	4.420

이 표에 의한 값들을 비교해 보면 알 수 있듯이 불산으로 식각할 경우 가장 표면의 상태가 좋다

[3].

두 기판을 접합할 경우 접합의 강도와 접합 상태가 좋다는 것도 있지만 또한 빛이 투과할 경우 표면상태가 거친 면 보다 표면의 상태가 일정한 경우 빛이 회절하지 않고 광투과가 잘된다는 것도 의미한다. 광센서의 제작은 PIN 다이오드를 사용했다. 임의의 Light를 조건1과 조건2로 제작된 PIN다이오드와 PN 다이오드로 조사했다. 일반적으로 PIN다이오드가 PN 다이오드보다 광 특성이 우수한 것으로 알려져 있으며 이는 그림 10에서도 PIN 다이오드의 광전류비가 큼을 확인할 수 있었다. 제작된 PIN 다이오드의 특성은 그림 10과 같다. PN 다이오드와 비교를 위해 그림 10의위의 상단 박스에 이를 도시하였다.

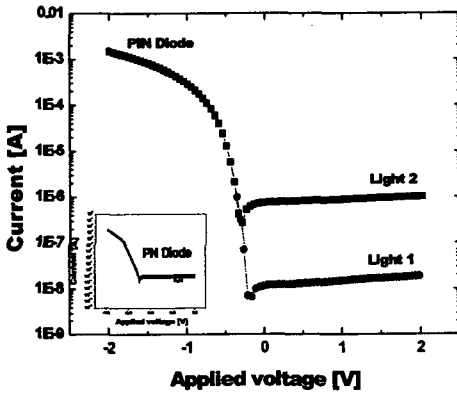


그림 10. p-i-n형 다이오드의 광센서 특성.
Fig 10. optical characteristic of pin diode

PN 다이오드는 $5.0 \times 10^{-11} \text{A}$ 에서 $1.0 \times 10^{-10} \text{A}$ 정도이고 PIN 다이오드는 1.0×10^{-8} 에서 $1 \times 10^{-6} \text{A}$ 로 약 4배 정도의 차이를 보인다. 고저항 기판을 사용하는 p-i-n형 광센서의 동작특성이 일반 다이오드에 비하여 더욱 큰 광전류 특성을 얻는 것을 확인할 수 있었다.

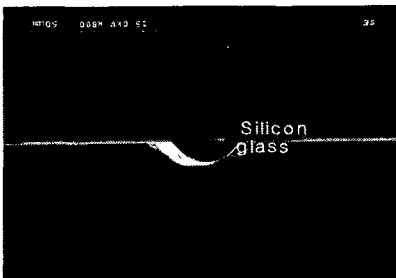


그림 11. 채널부와 검출부의 본딩
Fig 11. channel and detection bonding

그림 11.은 집적화된 LOC제작을 위해 실리콘 기판 상에 제작된 다이오드와 유리기판에 형성된 채널 본딩의 사진이다. 본딩방법은 정전열접합과 direct 본딩을 같이 사용하는 퓨전 본딩 방법을 이용하여 소자의 단차와 산화현상을 극복할 수 있었다.

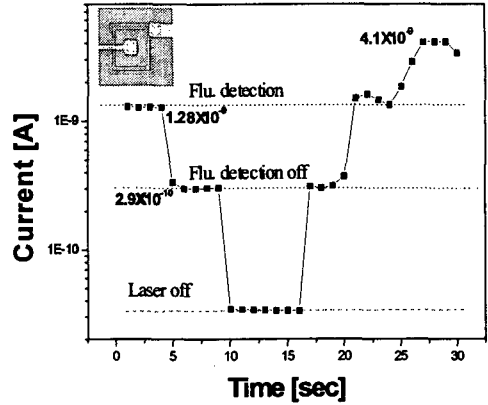


그림 12. 형광 검지 시스템의 측정

Fig 12. measurement of a fluorescent detection

그림 12은 제작된 LOC 평가를 위하여 형광물질인 rhodamine을 주입하였다. 주입된 rhodamine의 양과 형광량을 시간에 따라 변화하는 광전류 특성 측정 한 것이다. laser source 532nm파장의 100mW인 파워로 인가 후 형광발생에 따른 광다이오드 전류 검출을 하였다.

4. 결론

본 논문에서는 마이크로 칩을 이용하여 초소형 분석시스템에 이용하기 위해 채널과 다이오드를 설계 및 제작 하였다. 유리 기판을 이용하여 채널을 제작할 때 기존의 마이크로 칩 제작에 사용한 식각 마스크인 Cr/Au보다 PR을 사용하여 공정이 간단하고 제작비또한 줄일 수 있었다. 각각의 식각마스크로 채널을 형성한 후 기판상의 표면 거칠기를 측정한 결과 PR을 사용하였을 경우가 더욱 uniformity함을 확인하였다. 검출용 광센서로 p-i-n형 다이오드 제작에 고저항 기판을 사용하는 경우에는 병렬 저항 구조의 finger형 다이오드를 사용함으로써 내부저항을 감소시킬 수 있었다. 그러므로 일반다이오드 보다 광전류비가 뛰어나다. 실리콘 기판위에 제작된 다이오드와 유리기판상에 제작된 채널을 접합하기 위하여 우리는 fusion 본딩방법을 사용하였다. 일반적인 정전열접합의 경우 실리콘위에 제작된 소자인 다이오드의 높이만큼의 단차를 극복하기 어려우므로 정전열접합과 direct본딩을 같이 사용하여 이것을 해결 하였다. 제작된 마이크로 칩으로 형광검출반응과 미세유체의 흐름

을 테스트한 결과 마이크로 채널내의 유체의 흐름과 혼합을 확인할 수 있었고 형광검출반응은 PIN 다이오드의 광 검출비로 확인하였다.

참고 문헌

- [1] D. Figeys and D. Pinto, "Lab-On-A-Chip: A Revolution in Biological and Medical Analytical Chemistry, vol. 72, pp.330A-335A, 2000
- [2] Z. Liang, N. Chiem, G. Ocvirk, T. Tang, K. Fluri and D. J. Harrison, "Microfabrication of an Absorbance and Fluorescence Cell for Integrated Capillary Electrophoresis Devices," Chemistry, vol. 68, pp. 1040-1046, 1996
- [3] M. Stjernstrom and J. Roeraade, "Method for fabrication of microfluidic systems in glass," J.M.M.8. pp. 33-38, 1998
- [4] Y. Matsunaga 외 3명, "A high sensitivity MOS photo-transistor for area image sensor", IEEE trans. Electron Devices, vol.38, pp 735-742, 1991
- [5] M.S Chanz 외 2명, "Smart CMOS Image sensor array", IEEE trans. Electron Devices, vol.44, pp 1699-1705, 1997
- [6] J.R. Webster 외 3명, "Monolithic Capillary Electrophoresis Device with Integrated Fluorescence Detector", Analytical Chemistry, vol.73, No.7, 2001
- [7] 민홍석, 주영창, 송오성, "유리/실리콘 기판 직접 접합에서의 세정과 열처리 효과." 전기전자재료학회논문지 2002
- [8] 정귀상 "실리콘기판 직접접합기술을 이용한 SOI 홀 센서의 제작과 그 특성" 전기전자재료학회 2002
- [9] 박홍우, 주병권, 박윤권, 박정호, 김철주, 염상섭, 서상희, 오명환, "센서 기능성 박막: 결정의존성 식각/기판접합을 이용한 MEMS용 구조물 제작" 전기전자재료학회