

온도 민감 형광을 이용한 마이크로 스케일 표면온도 측정

정운섭[†] · 김성욱* · 김호영** · 유정열***

Surface Temperature Measurements in Microscale with Temperature Sensitive Fluorescence

Woonseop Jung, Sungwook Kim, Ho-Young Kim and Jung Yul Yoo

Key Words : Temperature Sensitive Fluorescence (온도 민감 형광), Micro Heater (마이크로 히터), Local Heating (국소가열), Temperature Field (온도장)

Abstract

The effects of substrate material on the local heating performance of microheaters are studied by both numerical analysis and experiment. Transient conduction analysis shows that the substrate material with low thermal conductivity is critical to the local heating and fast response. A measurement technique for surface temperature field in microscale is newly proposed, which uses temperature sensitive fluorescent dye coated on the surface. The measured surface temperature fields on microheater arrays fabricated on different substrates are presented.

기호설명

C	: 형광염료의 농도 ($m^{-3}kg$)
I	: 방출강도 (Wm^{-3})
I_0	: 초기 광원의 강도 (Wm^{-2})
I_{ref}	: 기준 온도에서의 방출강도
T	: 온도 ($^{\circ}C$)
t	: 시간 (s)
x	: 히터로부터의 거리 (μm)
ε	: 몰 흡수 계수 ($m^{-2}kg^{-1}$)
Φ	: 양자효율

1. 서론

마이크로 반응기 (micro reactor), 마이크로 냉각기 (micro cooler), 중합효소 연쇄반응기 (polymerase chain reaction chip), μ TAS (micro Total Analysis System) 등 다양한 마이크로 디바이스에서의 정확한 온도측정은 디바이스의 개발과 성능을 위하여 매우 중요한 인자가 된다. 마이크로 스케일에서 온도를 측정하는 방법은 여러 가지가 있다. 크게 분류하면 접촉식과 비접촉식 방법으로 구분할 수 있다. 접촉식 측정방법으로는 저항온도계, 열전대 (thermocouple) 등이 있다. 열전대는 호환성, 사용범위 등을 고려할 때 널리 사용되는 온도계이며, 저항온도계는 열모세관 펌프 (thermocapillary pump)⁽¹⁾, 중합효소 연쇄반응기⁽²⁾ 등에서 적용된 바가 있으나 유동교란을 발생시킬 수 있고, 온도장을 측정하는 것이 매우 어려운 문제점 등을 가지고 있다. 비접촉식 방법으로는 레이저유도 형광법 (laser-induced fluorescence), 적외선카메라, 열색성 액정 (thermochromic liquid crystal) 등이 있다. 열색성 액정을 사용하여 중합효소 연쇄반응기^(3,4), 전자 부품의 표면⁽⁵⁾ 등에서 온도를 측정할 경우가 있으나, 액정의 크기가 $10 \mu m$ 정도로 마이크로 스케일의 온도장을 측정하기에는 적합하지 않으며 정밀한 온도측정이 어렵다.

[†] 서울대학교 기계항공공학부 대학원
^{*} 서울대학교 마이크로열시스템연구센터
^{**} 한국과학기술연구원 열·유동제어 연구센터
^{***} 서울대학교 기계항공공학부
 E-mail: jyyoo@plaza.snu.ac.kr
 TEL: (02) 880-7112 FAX: (02) 888-2968

온도 민감 형광 (temperature sensitive fluorescence) 은 형광염료의 방출강도 (emission intensity)가 온도에 따라 변화하는 원리를 이용한다. 형광염료의 방출강도는 온도에 대한 함수이며, 다음과 같이 표현된다.

$$I(T) = I_0 \varepsilon C \Phi(T)$$

온도가 증가함에 따라 양자효율 Φ (quantum efficiency)가 감소하기 때문에 방출강도가 감소한다. 따라서 방출강도를 측정함으로써 온도장을 측정할 수 있다. 온도 민감 형광 또는 레이저유도 형광법을 이용한 온도측정 연구는 매우 다양하게 이루어지고 있으며⁽⁶⁻⁹⁾, 최근에 들어 마이크로 스케일에서의 온도장 측정에도 성공적으로 적용되고 있다^(10,11). 일반적으로 형광염료로는 로다민 B (Rhodamine B)를 많이 사용하는데, 이는 온도에 따른 방출강도의 변화율이 -1.5 ~ -3 %/K로 비교적 크기 때문이다. 그러나 레이저유도 형광법은 형광염료의 광표백 (photobleaching)^(9,12), 섀도우그래프 효과 (shadowgraph effect)^(9,13), 초기광원의 강도 변화 등 여러 가지 고려해야 할 기술적 문제들이 존재한다. 이러한 문제들을 해결하고자 온도에 민감한 로다민 B 와 민감하지 않은 염료인 로다민 110 (Rhodamine 110)을 사용하는 2 색 레이저유도 형광법 (two-color laser-induced fluorescence)도 사용되고 있다^(8,10,14,15,16). 이 방법으로는 로다민 B 와 로다민 110 의 방출강도의 비로 온도를 측정한다. 이러한 2 색 레이저유도 형광법은 광원의 강도변화와 염료의 불균일한 농도분포 등의 문제를 해결할 수 있으나, 두 형광염료의 방출파장 (emission wavelength)이 겹치는 문제점을 가지고 있다.

본 연구에서는 온도에 민감한 형광염료를 표면에 코팅하여 마이크로 스케일에서 표면온도장을 측정할 수 있는 새로운 기법을 제안하고자 한다. 한편, 마이크로 히터의 국소가열 (local heating) 성능이 기판 (substrate)의 물성에 따라 크게 영향을 받는다는 것을 수치해석과 실험을 통하여 검증하고자 한다.

2. 실험 장치 및 방법

2.1 마이크로 히터의 제작

마이크로 히터는 기판으로 유리 웨이퍼 (glass wafer)와, 실리콘 웨이퍼 (silicon wafer)를 사용한 두 가지 마이크로 히터를 제작하였다. Fig. 1(a)는 유리를 기판으로 사용하는 히터 제작공정을 나타낸다. 우선 400 μm 두께의 유리 웨이퍼에 백금-티타늄을 4000 \AA 의 두께로 스퍼터링 (sputtering) 한 후, SiO_2 를 1 μm 두께로 플라즈마화학기상증착 (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) 하고, 표면을 평탄화하기 위해서 화학기계적연마 (Chemical Mechanical Polishing) 공정을 수행하였다.

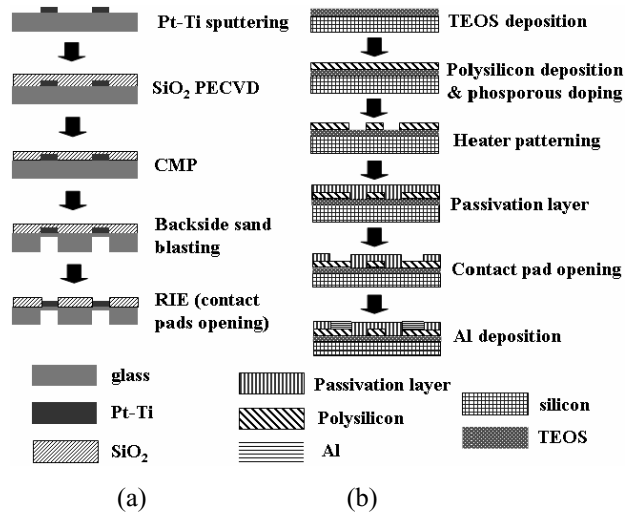


Fig. 1 Fabrication process of micro heater array (a) SiO_2 substrate and (b) Silicon substrate

한편, 기판으로의 열전도를 최소화하여 국소가열이 가능하도록 모래분사 (sand blasting) 공정을 이용하여 히터 아래 면의 두께를 최소화하였다. 끝으로 RIE (Reactive Ion Etching) 공정으로 접촉패드 (contact pads)를 표면에 노출시켰다. Fig. 1(b)는 500 μm 실리콘 웨이퍼를 사용하여 히터를 제작하는 공정을 나타낸다. 5000 \AA 두께로 TEOS 를 증착하고, 5000 \AA 두께로 폴리실리콘을 저압화학기상증착 (Low Pressure Chemical Vapor Deposition) 공정으로 증착한 후, 다시 패시베이션 막 (passivation layer)을 증착하였다. 끝으로, 접촉패드를 표면에 노출시키고 다시 알루미늄을 증착하였다.

2.2 형광염료의 조성 및 검정

히터 표면의 온도장을 측정하기 앞서 온도변화에 대해 가장 큰 방출강도 차이를 보이는 혼합비를

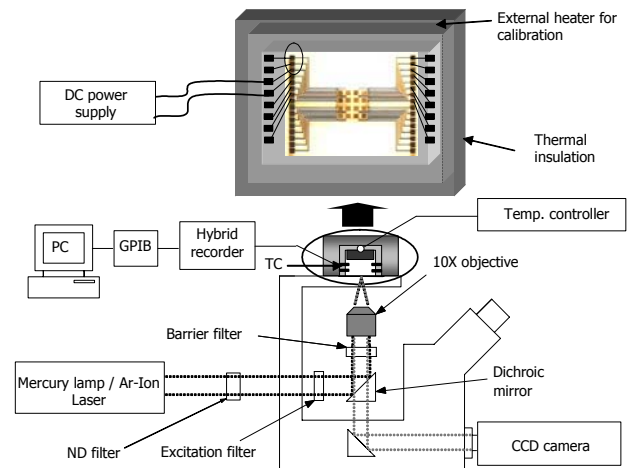


Fig. 2 Experimental setup

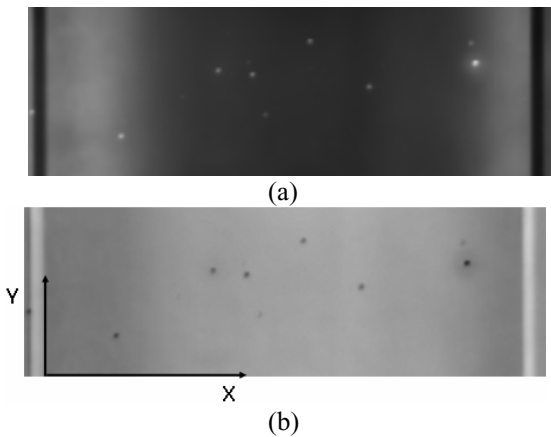


Fig. 3 Sample images of temperature calibration (a) averaged intensity (b) intensity ratio

결정하였다. 표면에 형광염료 (Rhodamine B)를 코팅하기 위하여 포토레지스트 (SU8 photoresist), 희석제 아세톤을 혼합하였다. 아세톤을 사용한 이유는 SU8 포토레지스트와 로다민 B가 모두 아세톤에 용해되기 때문이며, 희석제는 코팅 두께를 조절하기 위해서 사용하였고, 이때의 코팅 두께는 약 $1 \mu\text{m}$ 이다. 다양한 혼합비의 형광염료 혼합물에 대하여 실험한 결과, SU8, 희석제, 아세톤, 로다민 B의 비가 각각 5 ml , 2.5 ml , 10 ml 및 0.01 g 일 때 온도변화에 따라 가장 큰 방출강도 차이를 나타낼 수 있었다.

마이크로 히터의 온도검정과 온도장을 측정하기 위하여 Fig. 2와 같은 실험장치를 구성하였다. 온도검정을 위하여 히터 표면에 형광염료 혼합물을 코팅한 후, 단열이 가능한 챔버에 검정용 히터와 측정 대상인 마이크로 히터를 설치하였다. 광원은 수은등과 아르곤-이온 레이저 (Ar-Ion laser)를 사용하였으며, 영상은 Cooled CCD 카메라 (PCO sensicam QE)를 사용하여 획득하였다. 단열챔버 내부의 온도는 열전대로 측정하였다. 검정용 히터의 온도를 조절하면서 마이크로 히터 위에 형광염료의 방출강도의 영상을 컴퓨터에 저장하였다. Fig. 3(a)는 특정 온도에서 측정한 방출강도를 200장 평균한 영상이고, Fig. 3(b)는 기준 온도에서 얻은 방출강도로 Fig. 3(a)의 특정 온도에서의 방출강도를 나눈 영상이다. Fig. 3(a)에서 볼 수 있듯이, 전 영역에서 일정한 온도를 갖더라도 측정된 방출 강도는 영역에 따라 다른 것을 알 수 있다. 따라서 모든 픽셀에 대해 각각 온도검정 다항식을 구하는 픽셀단위의 온도검정을 수행하였다. Fig. 3(b) 방출강도비 영상을 획득할 때, CCD 카메라의 영상 노이즈를 줄이기 위하여 5×5 픽셀 단위로 평균을 하였다. 본 연구에서 획득한 영상의 1 픽셀의 크기

는 $0.67 \mu\text{m}$ 이므로 본 온도측정방법의 공간분해능은 $3.35 \mu\text{m}$ 이다. 한편, 형광염료의 온도검정 후, 마이크로 히터의 온도장을 측정할 때는 단열챔버와 검정용 히터를 제거한 후 마이크로 히터를 작동시키면서 방출강도를 측정하였으며, 획득한 영상은 컴퓨터에 저장하였다.

3. 실험결과 및 해석

3.1 수치해석

기판의 물성에 따른 히터의 국소가열 성능을 조사하기 위하여 실리콘과 유리를 기판으로 사용하는 경우에 대해 각각 천이 열전도 해석을 수행하였다. 본 수치해석에서 원점 ($x = 0$)은 히터의 중심을 나타내며, 히터의 폭은 제작한 히터와 같이 $10 \mu\text{m}$ 로 하였다. 히터로부터의 열 공급은 $t = 0$ 에서부터 연속적 모드와 펄스모드로 주었다. 모든 경우에서 히터의 기하학적 형상과 열 공급량을 동일하게 하였다. 또한 히터와 기판의 표면에서의 경계조건으로 자연대류만 고려하고 복사는 무시하였다. Fig. 4에서 기판으로 유리를 사용한 경우, 히터와 그 부근에서만 국소적으로 온도가 증가함을 알 수 있으나, Fig. 5에서와 같이 실리콘을 기판으로 사용한 경우에는 히터와 기판 표면 전체에서 온도가 상승함을 알 수 있다. 즉, 실리콘을 기판으로 사용한 경우는 국소가열이 잘 되지 않는다는 것을 볼 수 있다. 또한 실리콘을 기판으로 사용한 경우, 같은 온도까지 상승하는데 유리를 기판으로 사용한 경우보다 상당히 오랜 시간이 걸리는 것을 볼 수 있다. Fig. 6과 Fig. 7은 펄스모드로 열을 공급한 경우, 시간에 따른 응답을 나타낸다. Fig. 6에서와 같이 유리를 기판으로 사용한 경우, 히터로부터의 열 공급에 따라 온도변화가 잘 따라가는

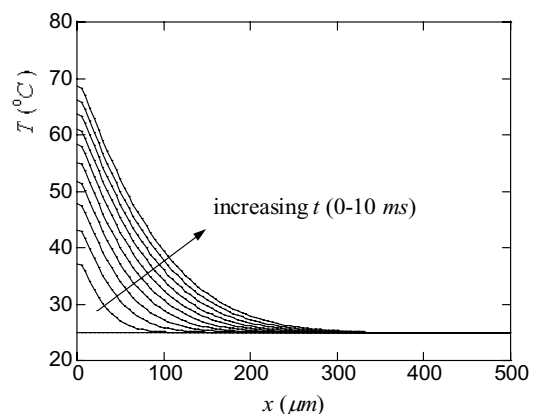


Fig. 4 Temperature distribution in continuous heating mode (for SiO_2 substrate)

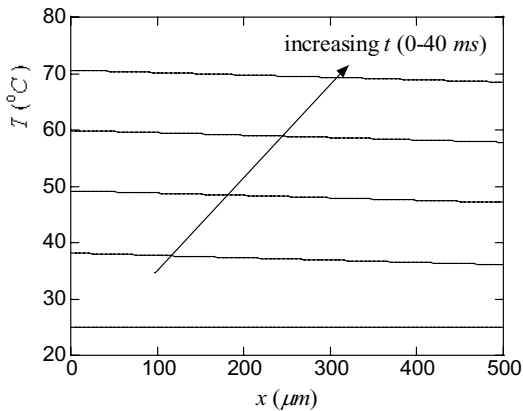


Fig. 5 Temperature distribution in continuous heating mode (for silicon substrate)

것을 볼 수 있으나, Fig. 7 에서와 같이 실리콘을 기관으로 사용한 경우는 히터를 끄더라도 온도가 떨어지지 않고 오히려 위치에 따라 온도가 계속 상승하는 경우도 볼 수 있다. 이는 유리와 실리콘의 열전도도가 매우 큰 차이를 갖고 있기 때문이다. 실리콘의 경우 유리에 비해 열전도도가 약 100 배 가까이 크기 때문에 매우 강한 열전도가 일어나 국소적으로 온도를 상승시키기 어렵게 된다. 본 해석 결과, 낮은 열 전도도를 갖는 물질을 기관으로 사용하는 것이 마이크로 스케일의 히터를 개발하는데 결정적인 역할을 한다는 것을 알 수 있다.

3.2 실험결과

Fig. 8(a)와 8(b)는 유리를 기관으로 사용하여 제작한 마이크로 히터에서 왼쪽의 히터를 켜는 때의 형광방출강도와 방출강도비를 나타낸다. Fig. 8(a)에서 왼쪽 히터 위의 강도는 오른쪽 히터 위의 강도와 크게 다르지 않음을 알 수 있으나, Fig. 8(b)와 같이 방출강도비에서는 왼쪽 히터 위의 강도비가 오른쪽 히터 위의 강도비보다 더 낮음을 볼 수 있다.

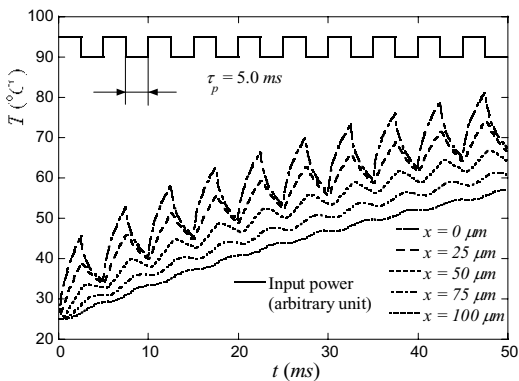


Fig. 6 Time response in pulsed heating mode (for SiO₂ substrate)

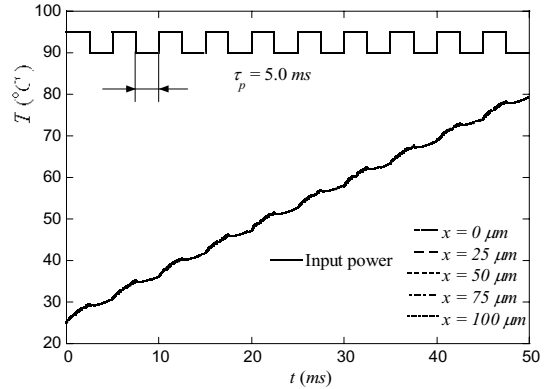


Fig. 7 Time response in pulsed heating mode (for silicon substrate)

그림에도 불구하고, 방출강도 또는 방출강도 비는 위치에 따라 균일하지 않은 것을 볼 수 있다. 그러나 픽셀 단위의 온도검정을 수행한 후 측정된 온도장은 Fig. 9 에서 볼 수 있듯이, 히터 위의 온도장을 잘 나타낸다. Fig. 9 는 2.67 초 간격으로

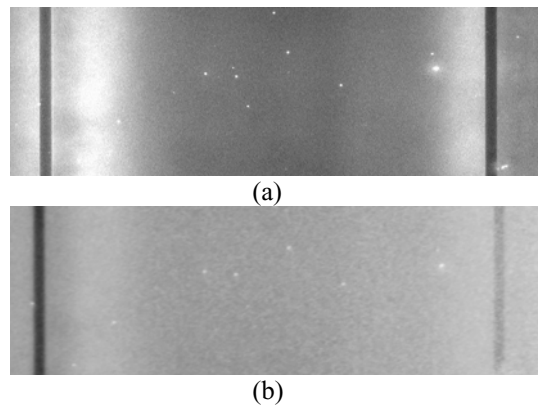


Fig. 8 Fluorescence intensity on I-type heater array (a) emission intensity (b) intensity ratio (I/I_{ref})

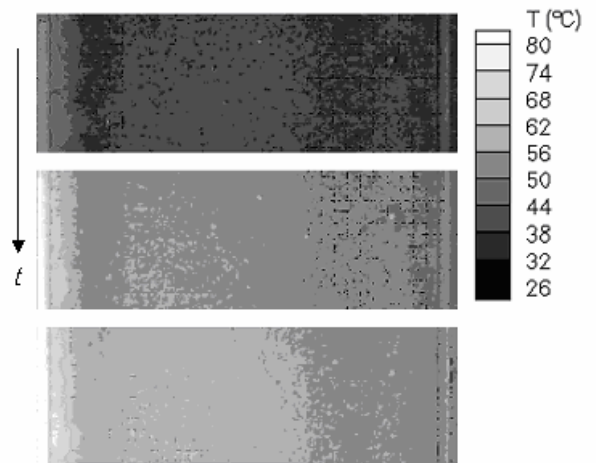


Fig. 9 Temperature field on I-type heater array

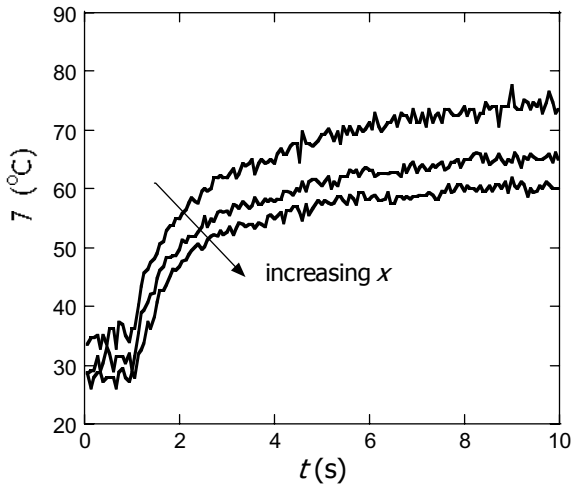


Fig. 10 Time response of microheater just after the heater is turned on

측정한 온도장을 나타낸다. 히터 바로 위에서는 순간적으로 80 °C까지 온도가 상승하지만 히터에서 부터 멀어질수록 온도가 낮음을 볼 수 있고 온도구배도 작다. 유리를 기판으로 사용한 경우, 시간에 대한 히터의 온도상승 응답을 Fig. 10 에 나타내었다. 여기서, 히터를 켜올 때 온도가 급격히 올라가는 것을 알 수 있다. 히터의 국소가열 성능을

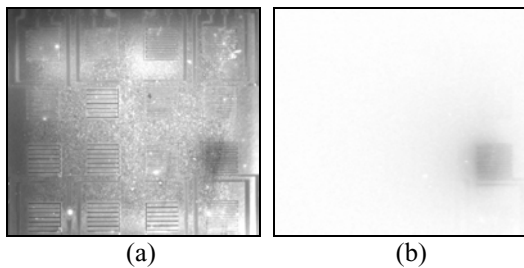


Fig. 11 Emission intensity on 4x4 heater array (a) emission intensity (b) intensity ratio (I/I_{ref})

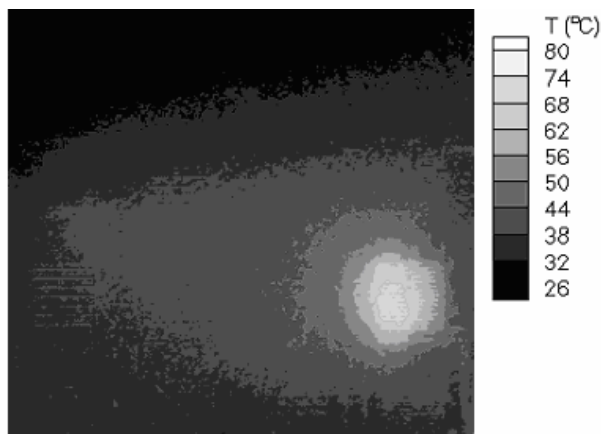


Fig. 12 Temperature field on 4x4 heater array

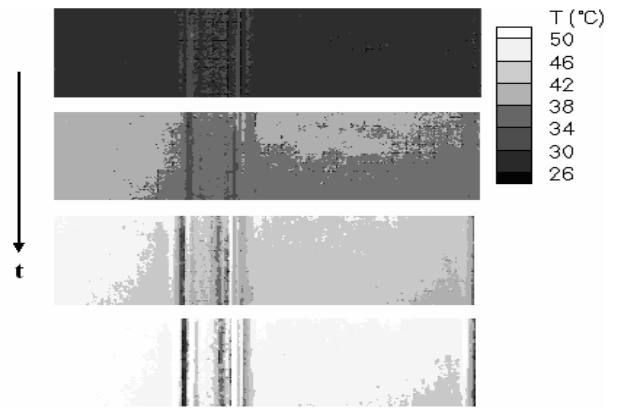


Fig. 13 Temperature field on silicon heater

Fig. 11 에서 제시한 바와 같이 4X4 사행형태 (serpentine shape)의 히터에 대해서도 확인하였다. 여기서 히터의 선 폭은 10 μm 이고 하나의 히터 크기는 270 μm X 270 μm 이다. 이 히터 경우, 오른쪽 하단에 히터를 켜올 때, Fig. 11(a)에서와 같이 바로 그 히터 위에서 국소적으로 방출강도가 떨어지는 것을 볼 수 있으며, 이러한 국소가열 성능은 Fig. 11(b)에서와 같이 방출강도비에서 더욱 확연히 확인된다. Fig. 12 는 이 히터를 켜고 0.92 초 후의 온도장을 보여준다. 이로부터 열을 공급한 히터 위에서 국소적으로 온도가 상승하는 특성을 다시 확인할 수 있다.

한편, 실리콘을 기판으로 사용한 경우는 국소가열이 거의 이루어지지 않는데, 이러한 특성은 Fig. 13 에서 명확하게 확인된다. 이 그림에서 히터를 켜올 때 전체적으로 히터 표면의 온도가 증가하는 것을 알 수 있다. 이는 국소적 가열이 매우 어렵다는 것을 나타낸다.

한편, 아르곤-이온 레이저를 광원으로 사용한 경우에는 마이크로 디바이스의 표면 온도장을 측정하는데 심각한 문제들이 나타난다는 것을 확인할 수 있었다. 특히, 히터를 켜올 때 히터표면과 대물렌즈 사이의 공기가 함께 가열됨으로 인해 공기의 굴절률이 변화한다. 이로 인해, 광학계로부터 발생하는 간섭무늬의 위치가 변화하기 때문에 픽셀단위의 온도검정을 하더라도 정밀한 온도장의 측정이 어렵게 된다. 이러한 문제는 표면이 아닌 유체 체적 내의 온도를 측정하거나 2 색 레이저유도 형광법을 사용하면 극복이 될 것으로 기대된다.

4. 결론

마이크로 장치의 표면온도장을 측정하기 위해서

포도레지스트, 회석제, 로다민 B, 아세톤의 여러 혼합물 중에 가장 큰 방출강도가 나오는 조성비를 구했으며, 그 조성비로 실리콘, 유리 웨이퍼를 기관으로 사용하여 제작한 마이크로 히터의 표면온도장을 측정하였다. 기관으로 실리콘 웨이퍼를 사용한 경우, 유리 웨이퍼보다 열전도도가 100 배 정도 높기 때문에 마이크로 히터의 표면을 전체적으로 가열시키는 것을 볼 수 있었다. 유리 웨이퍼를 사용하여 제작한 마이크로 히터의 온도장은 국소 가열이 가능하며 히터선의 바닥부분을 공동으로 제작을 하여 온도에 따른 반응시간이 빠른 것을 알 수 있다. 기관의 종류와 기하학적인 형태로부터 국소 가열 성능과 온도에 따른 응답특성을 확인할 수 있었다. 실리콘과 유리 웨이퍼를 기관으로 하여 제작한 히터의 경우, 국소 가열을 위해서는 유리 기관을 사용해야 함을 알 수 있었다. 이것은 수치해석으로 획득한 온도분포와 유사함을 알 수 있었다.

본 연구에서는 온도에 민감한 형광염료를 이용하여 마이크로 스케일에서 유동에 교란을 일으키지 않으면서 온도를 정밀하게 측정할 수 있는 측정방법을 개발하였다. 특히, 이 측정방법의 공간 분해능은 $3.35 \mu\text{m}$ 로 매우 정밀한 온도장을 얻을 수 있음을 확인하였다.

후기

본 연구는 한국과학기술원 지정 마이크로열시스템 연구센터의 연구비 지원으로 수행되었으며 이에 감사 드립니다.

참고문헌

- (1) Sammarco, T. S. and Burns, M. A., 1999, "Thermocapillary Pumping of Discrete Drops in Microfabricated Analysis Devices," *AICHE J.*, Vol. 45, No.2, pp. 350-366.
- (2) Yoon, D. S., Lee, Y. S., Lee, Y., Cho, H. J., Sung, S. W., Oh, K. W., Cha, J. and Lim, G., 2002, "Precise Temperature Control and Rapid Thermal Cycling in a Micromachined DNA Polymerase Chain Reaction Chip," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, Vol. 12, pp. 813-823.
- (3) Chaudhari, A. M., Woudenberg, T. M., Albin, M. and Goodson, K. E., 1998, "Transient Liquid Crystal Thermometry of Microfabricated PCR Vessel Arrays," *Journal of Microelectromechanical Systems*, Vol. 7, No. 4, pp. 345-355.
- (4) Liu, J., Enzelberger, M. and Quake, S., 2002, "A Nanoliter Rotary Device for Polymerase Chain Reaction," *Electrophoresis*, Vol. 23, pp. 1531-1536.
- (5) Azar, K., Benson, J. R. and Manno, V. P., 1991, "Liquid Crystal Imaging for Temperature Measurement of Electronic Devices," *Proc. 7th Annual IEEE Semiconductor Thermal Measurement and Management Symposium*, AZ, USA, pp. 23-33.
- (6) Sakakibara, J., Hishida, K. and Maeda, M., 1993, "Measurements of Thermally Stratified Pipe Flow using Image Processing Techniques," *Experiments in Fluids*, Vol. 16, pp. 82-96.
- (7) Sakakibara, J., Hishida, K. and Maeda, M., 1997, "Vortex Structure and Heat Transfer in the Stagnation Region of an Impinging Plane Jet (Simultaneous Measurements of Velocity and Temperature Fields by Digital Particle Image Velocimetry and Laser-Induced Fluorescence)," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 40, No. 13, pp. 3163-3176.
- (8) Sakakibara, J., Adrian, R. J., 1999, "Whole Field Measurement of Temperature in Water using Two-Color Laser Induced Fluorescence," *Experiments in Fluids*, Vol. 26, pp. 7-15.
- (9) Coolen, M. C. J., Kieft, R. N., Rindt, C. C. M. and Van Steenhoven, A. A., 1999, "Application of 2-D LIF Temperature Measurements in Water using a Nd:YAG Laser," *Experiments in Fluids*, Vol. 27, pp. 420-426.
- (10) Kim, H. J. and Kihm, K. D., 2001, "Application of a Two-Color Laser Induced Fluorescence (LIF) Technique for Temperature Mapping," *Proc. 2001 ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition, IMECE2001/HTD-24411*, New York, NY, USA.
- (11) Ross, D., Gaitan, M. and Locascio, L. E., 2001, "Temperature Measurement in Microfluidic Systems Using a Temperature-Dependent Fluorescent Dye," *Analytical Chemistry*, Vol. 73, pp. 4117-4123.
- (12) Crimaldi, J. P., 1997, "The Effect of Photobleaching and Velocity Fluctuations on Single-Point LIF Measurements," *Experiments in Fluids*, Vol. 23, pp. 325-330.
- (13) Clemens, N. T., 2002, "Flow Imaging," *Encyclopedia of Imaging Science and Technology* (ed. by J. P. Hornak), John Wiley & Sons, New York, pp. 390-419.
- (14) Hishida, K. and Sakakibara, J., 2000, "Combined Planar Laser-Induced Fluorescence-Particle Image Velocimetry Technique for Velocity and Temperature Fields," *Experiments in Fluids*, Vol. 29, Issue 7, pp. S129-S140.
- (15) Funatani, S., Fujisawa, N. and Ikeda, H., 2004, "Simultaneous Measurement of Temperature and Velocity using Two-Colour LIF Combined with PIV with a Colour CCD Camera and its Application to the Turbulent Buoyant Plume," *Measurement Science and Technology*, Vol. 15, pp. 983-990.
- (16) Coppeta, J. and Rogers, C., 1998, "Dual Emission Laser Induced Fluorescence for Direct Planar Scalar Behavior Measurements," *Experiments in Fluids*, Vol. 25, pp. 1-15.