

AFM 부착형 초미세 다이아몬드 팁 캔틸레버의 제작 및 응용

박정우*, 이득우⁺

Fabrication of Micro Diamond Tip Cantilever for AFM and its Applications

J.W.Park*, D.W.Lee⁺

Abstract

Nano-scale fabrication of silicon substrate based on the use of atomic force microscopy (AFM) was demonstrated. A specially designed cantilever with diamond tip, allowing the formation of damaged layer on silicon substrate by a simple scratching process, has been applied instead of conventional silicon cantilever for scanning. A thin damaged layer forms in the substrate at the diamond tip-sample junction along scanning path of the tip. The damaged layer withstands against wet chemical etching in aqueous KOH solution. Diamond tip acts as a patterning tool like mask film for lithography process. Hence these sequential processes, called tribo-nanolithography, TNL, can fabricate 2D or 3D micro structures in nanometer range. This study demonstrates the novel fabrication processes of the micro cantilever and diamond tip as a tool for TNL using micro-patterning, wet chemical etching and CVD. The developed TNL tools show outstanding machinability against single crystal silicon wafer. Hence, they are expected to have a possibility for industrial applications as a micro-to-nano machining tool.

Key Words : Atomic Force Microscopy, Diamond Tip, Damaged Layer, Wet chemical etching, Tribo-nanolithography

1. 서론

고체표면을 원자 스케일로 관찰하기 위하여 발명된 SPM (Scanning Probe Microscopy)은 나노과학 및 나노공학의 연구에 필수적인 장치이다. 최근, 이러한 SPM의 표면 측정원리를 가공을 위한 수단으로 적용하여 나노 스케일 (nano-scale) 미세가공 및 패턴형성을 시도하는 연구가 다수 시도되고 있다.

이러한 가공법은 주로 초정밀 스테이지, AFM(Atomic Force Microscopy) 및 STM(Scanning Tunneling Microscopy)의 미세한 탐침 및 캔틸레버(cantilever)를 이용하여, 기계적 또는 진기 화학적으로 패터닝 및 3차원 가공을 수행한다. 특히 최근 시도되는 가공법은 전기화학적 제거가공을 이용한 미세 3차원구조물의 구현에 관한 연구 또는, Scanning Probe Microscopy (SPM), 즉 AFM 및 STM의 탐침 및 캔틸레버(cantilever)를 이용한 새로운

* 주저자, 부산대학교 ERC/NSDM (calcci@pusan.ac.kr)
주소: 609-735 부산광역시 금정구 장전동 산 30

+ 부산대학교 나노과학기술학부

방법 등이 도출되고 있다. 전자의 경우에는, 실리콘, 스테인리스 재료에 펄스 전기화학 가공을 적용하여 미세 3차원 형상의 구조를 가공에 성공하여, 전기화학 가공을 마이크로 가공에 접목할 수 있는 가능성을 제시하였다. 1, 2 후자의 AFM 및 STM을 이용한 방법의 경우에는 팁과 샘플의 접촉, 비접촉에 따라서 크게 두 가지로 분류가 된다. 첫째는, SPM 팁과 샘플이 접촉한 상태에서 (contact mode) 기계적 또는 분자의 이동에 의하여 원하는 패턴이나 구조물을 형성시키는 방법이다.

Yoshida, Morita 그룹³에서는 자체 제작한 가공용 AFM 팁을 사용하여, AFM 관찰 상에서 얻은 이미지를 그대로 패턴화 시키는 데 성공하였고, Mirkin 그룹⁴에서는 펜에 잉크를 찍어 글자를 쓰는 원리를 도입한 DPN (Dip-Pen Nanolithography) 기술을 최초로 개발하여 나노스케일의 새로운 공정을 선보였다. 또한 Kolb 그룹⁵에서는 전기화학적 방법으로 미세탐침의 끝단에 구리원자를 부착하고, 이를 금 표면에 다시 전사시키는 방법으로 구리 클러스터의 제작을 성공하였다.

둘째는, 비접촉 모드에서 SPM 팁과 샘플간의 미소한 전기화학적 반응에 의하여 생성된 산화막 자체를 하나의 구조물, 즉 나노와이어 또는 나노패턴으로 형성하는 방법이다. 이러한 SPM 기반의 전기화학적 패턴링 연구는 Dagata 그룹⁶이 최초로 제안하였으며, Quate 그룹⁷에서는 Dai 그룹⁸에서 개발한 탄소나노튜브 부착 팁을 사용하여 전기화학적인 방법으로 미소한 선을 형성하였다. 즉, 팁의 선단반경이 작으면 작을수록 그 분해능은 뛰어나게 향상될 것임은 자명한 사실이며, 이를 이용하여 선폭 30 nm 이하까지도 접근이 가능하다는 것을 보여주었다.

상기의 연구자들 외에도, Snow 그룹^{9,10}에서도 금속 팁을 사용하여 10 nm 이하의 선을 형성하는 가능성을 보였다. 또한, Perez-Murano 그룹^{11,12}에서는 알루미늄 코팅된 웨이퍼 상에서 도전성 팁과 금속의 산화반응을 이용하여 미소한 패턴을 형성시키고, 이를 NEMS에 적용하기 위하여, CMOS 상에 패턴링 실험을 수행하여 질량센서의 제작을 시도하였다. Gwo 그룹^{13,14}에서는 실리콘 웨이퍼 및 Si₃N₄ 코팅표면 상에 산화반응을 일으켜 미소패턴을 형성시키고 그 메커니즘 분석에 관한 연구를 수행하였다.

지금까지 기술한 방법 이외에도, 나노패터닝을 구현하기 위한 여타의 방법이 다수 연구되고 있다. 즉, 전통적인 전자빔을 이용한 패턴링 기술 이외에도 이온빔 밀링 (FIB)^{15,16}을 이용한 방법, Proton 빔을 이용한 패턴링¹⁷, 나노임프린팅

(Nano-imprinting) 기법을 이용한 나노패터닝¹⁸ 등이 제안되고 있으며, 이를 적용하여 나노스케일로의 접근을 위한 연구가 계속 진행되고 있다.

지금까지의 연구결과에 의하면 TNL (Tribo-nanolithography) 방법^{19,20,21}을 이용하여 2차원 또는 3차원 형상의 마이크로-나노 구조물을 형성할 수 있었다. TNL 프로세스는 AFM의 측정용 캔틸레버 대신에 가공성이 있는 캔틸레버를 제작, 부착하여 측정과 가공을 동시에 수행할 수 있는 새로운 개념의 패턴링 방법이다. 따라서 마이크로 팩토리 검사시스템에 직접 장착하여 마이크로-나노급 패턴링을 손쉽게 수행할 수 있는 장점이 있다. 그러나 지금까지 사용되어진 캔틸레버 팁은 랜덤형상의 팁이 부착되어 있었다. 따라서 본 연구에서는 TNL 프로세스에서 공구의 역할을 하는 다이아몬드 팁의 형상과 인선을, 마이크로 패턴링된 실리콘 몰드에 CVD를 이용하여 단결정 다이아몬드를 증착시키고 이를 습식 에칭하는 일련의 새로운 프로세스를 개발하는 것이다. 또한 개발된 다이아몬드 팁 캔틸레버를 이용하여 (100) 실리콘에 대한 마이크로-나노 가공성을 검토하고자 한다.

2. TNL (Tribo-nanolithography)

Fig. 1은 AFM (Atomic Force Microscopy)의 원리 및 TNL 프로세스의 장치를 나타내는 개념도이다. 3차원 표면 측정기와 비슷한 원리로, 날카로운 탐침 (probe)을 시편에 근접시켜 표면의 형상을 측정한다. 탐침은 극히 부드러운 마이크로 캔틸레버의 선단에 부착되어 있으며, 캔틸레버의 휨을 검출하여 탐침의 접촉 하중을 일정하게 피드백 제어한다.

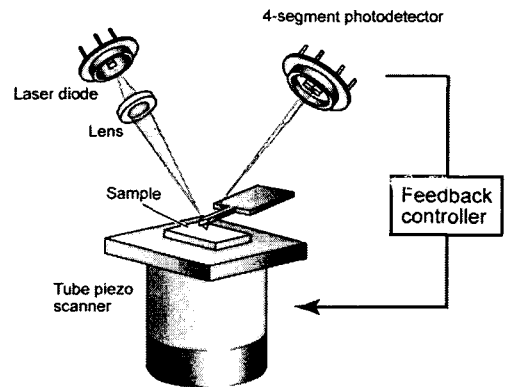


Fig. 1. Outline of TNL experimental setup

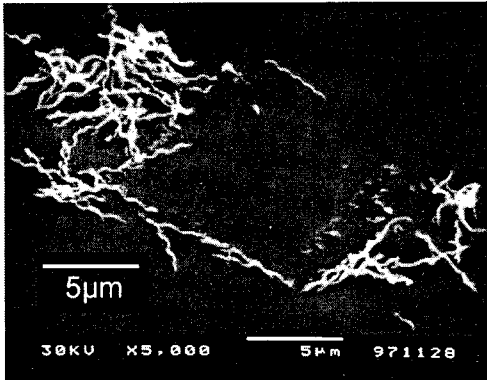


Fig. 2. SEM image of nanomachined area on single crystal silicon

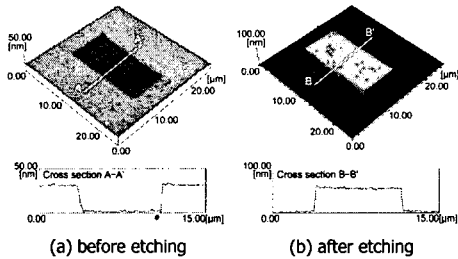


Fig. 3. AFM topography image showing mask effect of nanomachined area (material removal process) in KOH solution

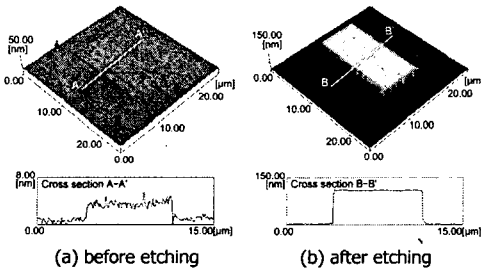


Fig. 4. AFM topography image showing mask effect of nanomachined area (plastic flow) in KOH solution

시편과 프로브의 정밀한 상대적 위치 제어에 있어서는, 공작기계의 공구-피삭재의 관계와 동일하지만, SPM으로는 피에조 기반의 초정밀 스테이지에 의하여 더욱 정밀한 제어가 가능하다. 따라서 운동오차나 피삭재의 형상오차를 극히 감소시킬 수 있다. SPM에는 그 적용처에 따라 다양한 종류의 프로브가 있는 것처럼, SPM 기구를 이용한 가공도 프로브나

가공 환경을 바꾸는 것을 통하여 다양한 가공을 실현할 수 있다. 즉, 가공용 마이크로 캔틸레버 (선단에 다이아몬드 연마 입자가 장착)를 이용하면, 나노 스케일의 절삭가공이 가능하게 된다.

Fig. 2는 단결정 실리콘에 나노 스케일 절삭을 수행한 가공부의 AFM 관찰사진이다. 두께 수십nm의 칩이 가공부 주위에 관찰된다. 즉, 나노 스케일의 절입 조건에서도, 마이크로 스케일과 동일한 절삭이 행해지고 있으며 경취재료에서도 연성모드로 가공할 수 있다는 것을 보여주고 있다. 또한, 단결정 실리콘을 나노 스케일로 절삭한 후, 가공 변질층을 평가할 목적으로 습식에칭을 수행한 결과, Fig. 3과 같이 가공된 영역에는 에칭이 진전되지 않고 오히려 마스크 효과가 발생하는 현상을 발견할 수 있었다. 이러한 결과는 가공 변질층 (결정성이 낮은 변형층)의 마스크 효과에 기인한 것이라고 고찰되며, Fig. 4와 같이 가공되지 않고 마찰효과만 발생한 경우 (윤기가공)에서도 동일한 마스크 효과가 발생하는 것이 확인되었다. 상기의 다이아몬드 팁을 이용한 마이크로-나노 스케일급 기계가공과 에칭으로 이어지는 일련의 프로세스를 TNL이라고 정의한다.

3. TNL용 다이아몬드 팁의 제작

A. 캔틸레버의 제작

TNL프로세스에서 사용되는 캔틸레버는 마이크로-나노급의 기계가공을 수행하기에 충분한 휨강성이 요구된다. 현재 시판되고 있는 측정용 캔틸레버는 자체의 낮은 휨강성 때문에 고하중을 견딜 수 없다. Fig. 5는 포토 리소그래피 공정을 적용하여 SiO₂가 증착된 단결정 실리콘 웨이퍼 상에서 캔틸레버를 제작하는 공정을 도시한 그림이다.

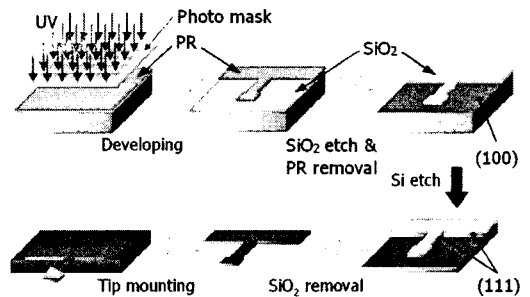


Fig. 5 Fabrication procedure of cantilever

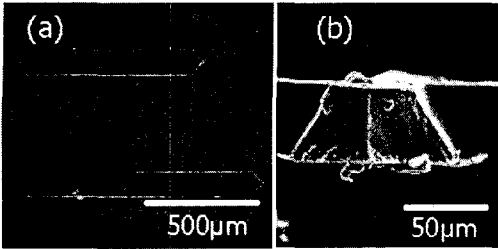


Fig. 6 SEM images of fabricated cantilever. top view (a), front view (b)

켄틸레버의 길이는 1000, 750 μm 이며, 상단 폭 50 μm , 두께가 45 μm 이다. TNL 가공에 있어서는 길이 750 μm 의 켄틸레버를 사용하였다. 이는 휨강성이 약 789 N/m가 되어, 측정용으로 상용되고 있는 Si_3N_4 재질의 켄틸레버 (1.75 N/m for PSIA 910-CSC 12)보다 무려 450배나 높은 수치를 보이고 있다. Fig. 6은 제작된 켄틸레버의 형상을 보여주는 SEM사진으로서, 최종 형상은 초기 설계된 치수와 일치하게 제작되었음을 보여주고 있으며, 내부경사면 (inward sloping wall)은 (100) 실리콘 면에 대하여 54.74° 경사져 있음을 알 수 있다.

B. 다이아몬드 팁의 제작

Fig. 7은 다이아몬드 팁의 제작 프로세스를 나타낸 것으로 세부공정은 아래와 같다.

1) 단결정 실리콘 상의 산화막 패터닝

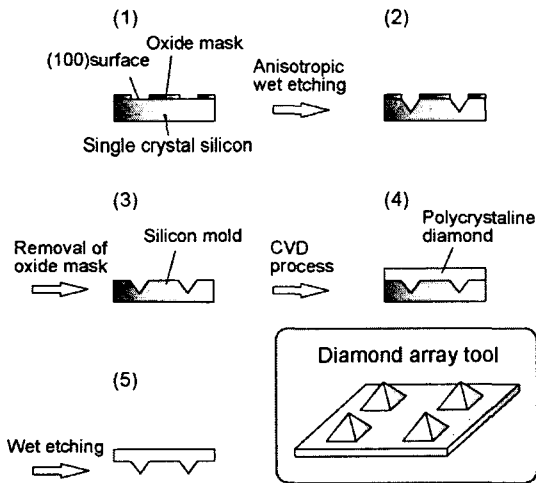


Fig. 7 Fabrication process of diamond array tool

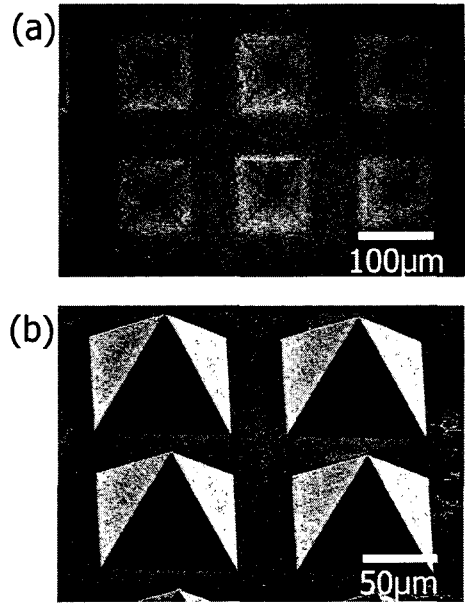


Fig. 8 SEM images of the fabricated silicon mold and diamond array tool. silicon mold on which single crystal diamond deposited by CVD (a), diamond tip array (b)

- 2) KOH 수용액을 사용한 이방성 에칭을 통하여 (100) 실리콘 표면상에 역 피라미드 형태의 피트 생성
- 3) HF 용액을 이용한 산화막 제거
- 4) 화학기상증착법 (CVD)에 의한 실리콘 표면상의 단결정다이아몬드 증착
- 5) 알칼리 에칭을 통한 실리콘 몰드 제거 (다이아몬드 팁 어레이만 남음)

Fig. 8은 제작된 실리콘 몰드의 형상 및 다이아몬드 팁 어레이 공구의 형상을 보여주는 SEM사진이다. Fig. 8(a)에 의하면 실리콘 몰드 피트의 형상이 이방성 에칭특성에 의하여 역 피라미드 형태의 패턴이 됨을 알 수 있다. 이러한 몰드의 형상은 CVD에 의하여 정확히 다이아몬드에 모사되어 최종 팁의 형상은 각각 날카로운 인선이 드러난 피라미드 형상을 가지고 있음을 알 수 있다.

TNL 프로세스에서는, 피삭재로서 경취재질의 실리콘 계를 사용하기 때문에 종래의 기계적 가공방식에서 사용하는 공구로서는 가공이 불가능하기 때문에 기본적으로 날카로운 팁 반경과 인선이 형성되어 있는 공구의 적용이 필수적이다. 따라서 몰드의 제작에 있어서 산화막 패터닝에서 이방성 에

칭에 이르는 전 공정에서의 정밀한 치수제어가 요구된다. Fig. 8(b)에서와 같이 제작된 다이아몬드 팁은 4개의 인선이 존재하고, 팁 반경이 약 300 nm이며, $100 \times 100 \times 70 \mu\text{m}$ 의 치수를 가지는 마이크로 스케일의 피라미드 형상임을 알 수 있다. 이러한 치수는 Fig. 7의 산화막 패턴공정에서 간단히 변형가능하다. 상기의 공정으로 각각 제작된 캔틸레버와 다이아몬드 팁은, 마이크로 매니플레이터에 의하여 기계적으로 접합되어 최종의 캔틸레버 공구가 완성된다.

Fig. 9는 종래의 TNL 프로세스에서 사용한 랜덤 형상의 팁이 부착된 캔틸레버 공구 (Fig. 9(a))와 앞서 언급한 새로운 프로세스에 의해서 제작된 피라미드 형상의 다이아몬드 팁 캔틸레버 공구의 형상 (Fig. 9(b))을 비교한 SEM사진이다. 종래의 랜덤형상 팁을 사용한 경우에는 상용되는 단결정 다이아몬드 팁을 실험목적에 맞게 다양한 사이즈로 부착하여 사용하였으나, 팁 형상의 불규칙성, 예측 불가능한 팁 반경과 인선 등의 문제로 정확한 TNL 프로세스의 해석에 어려움이 있었다.

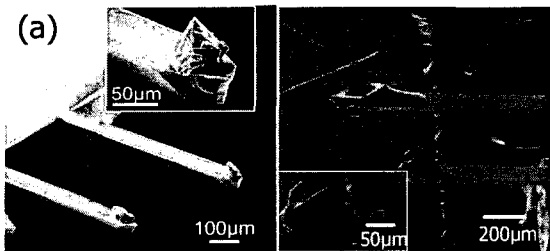


Fig. 9 SEM images of the fabricated micro cantilever with diamond tip. conventional cantilever for TNL with random-shaped diamond tip (a) developed cantilever for TNL with quadrangular pyramidal-shaped diamond tip (b)

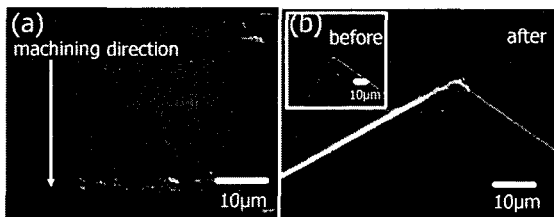


Fig. 10 SEM image of mechanically scratched surface on (100) Si using diamond tip with cutting edge direction (a) tip-end topography between before and after mechanical scratching processes

4. 다이아몬드 팁 캔틸레버를 사용한 TNL 프로세스에의 응용

A. TNL 실험장치

TNL 실험을 위한 장치구성은 Fig. 1과 같다. 단결정 실리콘 표면은 캔틸레버 끝단의 다이아몬드 팁에 의하여 기계적 가공을 수행한다. 시편은 도핑을 하지 않은 (100) 실리콘을 사용하였다. 가공 전에는 아세톤 세정 및 순수 세정 후, 자연 산화막의 제거를 위해 5% HF에서 60초간 디핑 처리를 수행하였다. 세정 된 시편은 TNL 실험용 플레이트에 마운팅 된다. 본 연구에 사용한 AFM은 PSIA XE-100 AFM이며, 개발한 다이아몬드 팁 캔틸레버 공구를 사용하여 가공을 수행하고, 상용되는 측정용 캔틸레버 (PSIA 910M-CSC12, force constant 1.75N/m)를 사용하여 관찰하였다. 에칭 시 사용되는 용액은 5mass% 농도의 KOH 수용액이며, <110> 방향으로 가공을 수행하였다.

B. 다이아몬드 팁 캔틸레버를 사용한 마이크로 머시닝에의 적용가능성

TNL 실험을 수행하기 위해서는 우선, 개발된 다이아몬드 팁 캔틸레버가 실리콘 표면의 마이크로 머시닝에 적합한지에 대한 여부의 검토가 반드시 필요하다. Fig. 10(a)는 다이아몬드 팁 캔틸레버로 가공된 부분의 관찰을 위하여, (100) 실리콘 표면을 비교적 높은 수직하중 (4 mN)으로 가공한 SEM사진이다. 각각의 스크래칭이 끝나는 부분에서 미소한 버 (burr)와 실리콘 칩 (chip)들이 관찰됨을 알 수 있다. 스크래치 라인의 폭은 사용된 팁의 선단반경 (약 1µm)과 일치하는 것을 알 수 있으며, 이러한 결과는 개발된 다이아몬드 팁이 TNL뿐만 아니라 마이크로 머시닝에의 적용에 대한 가능성을 가지고 있음을 보여준다.

또한, TNL에의 적용을 위해서는 팁의 마모에 대한 고찰도 반드시 필요하다. Fig. 10(b)는 가공 전, 후의 다이아몬드 팁의 선단을 관찰한 SEM사진으로서, 약 1 m 길이까지 가공을 수행하여도 (20 µm/s의 속도에서 약 14시간 소요) 팁 선단에 마찰에 의한 마모가 발생하지 않았다는 것을 알 수 있다. 즉, 개발된 다이아몬드 팁은 TNL에 적용될 수 있는 충분한 내마모성을 지니고 있음을 알 수 있다.

현재까지의 TNL에 관한 연구에서는 적용된 팁이 랜덤형상이었기 때문에 인선의 방향에 따른 특성은 고찰할 수 없었다. 본 연구에서는 개발된 다이아몬드 팁을 원하는 인선방향

참고 문헌

으로 부착하여 그에 따른 가공특성을 고찰 할 수 있었다. Fig. 11은 30 $\mu\text{m/s}$ 의 속도에서 10 μN 의 수직하중으로 인선 방향 (Fig. 11(a)) 및 면 방향 (Fig. 11(b))에 따라 실리콘 표면을 가공 한 후의 LFM 이미지이다. 가공 중에 발생하는 팁과 표면사이의 물리적 거동에 대해서는 명확히 정의할 수 없으나, 동일한 조건에서 인선방향으로 가공을 수행하였을 경우에, TNL 가공에 의해 발생하는 결정성이 낮은 변형층이 보다 균일하게 형성되었음을 알 수 있다. 이후, 가공부위의 에칭특성 변화를 관찰하기 위하여 20 wt% KOH 수용액에서 가공을 수행한 결과, 마스크 효과는 상기의 두가지 조건에서 동일하게 나타남을 알 수 있었다.

4. 결론

본 연구에서는 초미세 형상 측정 장치인 AFM에 적용 가능한 다이아몬드 팁 캔틸레버를 화학에칭 및 단결정 다이아몬드 CVD에 의하여 제작하였으며, 이의 응용에 대하여 고찰하였다. 개발된 캔틸레버는 측정용으로 사용되는 상용 캔틸레버보다 약 450배 정도 강한 휨강성 특성을 보여, 마이크로-나노 스케일로의 가공에 대한 가능성을 보였으며, 피라미드 형상의 다이아몬드 팁은 몰드에서 전사된 날카로운 4개의 인선을 가지고 높은 내마모성 특성을 가지고 있음이 확인되었다.

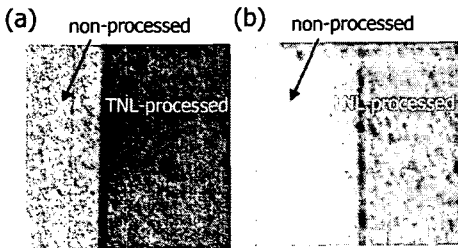


Fig. 11 LFM images of TNL-processed area with cutting edge faced-diamond tip (a), with plane side faced-diamond tip (b)

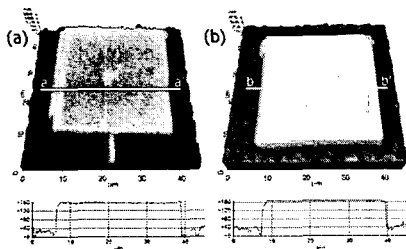


Fig. 12 AFM topography images of microstructures prepared by TNL with different cutting edge directions of diamond tip after etching in 20 wt% KOH for 5 min

1. R. Schuster, and V. Kirchner, 2000, "Electrochemical micro machining", Science, Vol. 289, pp. 98-101
2. J. W. Park, E. S. Lee, 2002, "Development of electrochemical micro machining for air-lubricated hydrodynamic bearings", Microsys. Technol., Vol. 9, pp. 61-66.
3. K. Ashida, N. Morita, and Y. Yoshida, 2001, "Study on nano-machining process using mechanism of a friction force microscope", JSME Int. J. Ser. C, Vol. 44, No. 1, pp. 244-253.
4. R. D. Piner, J. Zhu, F. Xu, S. Hong, and C. A. Mirkin, 1999, "Dip-pen nanolithography", Science, Vol. 283, pp. 661-663.
5. D. M. Kolb, R. Ullmann, and T. Will, 1997, "Nanofabrication of small copper clusters on gold (111) electrodes by a scanning tunneling microscope", Science, Vol. 275, pp. 1097-1099.
6. J. A. Dagata, 1995, "Device fabrication by scanned probe oxidation", Science, Vol. 270, pp. 1625-1626.
7. K. Wilder, and C. F. Quate, 1998, "Noncontact nanolithography using atomic force microscope", Appl. Phys. Lett., Vol. 73, No. 17, pp. 2527-2529.
8. H. Dai, J. H. Hafner, 1996, "Nanotubes as nanoprobe in scanning probe microscopy", Nature, Vol. 384, pp. 147-150.
9. E. S. Snow, and P. M. Campbell, 1995, "AFM fabrication of sub-10-nanometer metal-oxide devices with in-situ control of electrical properties", Science, Vol. 270, pp. 1639-1641.
10. E. S. Snow, G. G. Jernigan, and P. M. Campbell, 2000, "The kinetics and mechanism of scanned probe oxidation of Si", Appl. Phys. Lett., Vol. 76, No. 13, pp. 1782-1784.
11. Z. J. Davis, et al, 2003, "AFM lithography of aluminum for fabrication of nanomechanical systems", Ultramicroscopy, Vol. 97, pp. 467-472.
12. G. Abadal, F. Perez-Murano, N. Barniol, and X. Aymerich, 1998, "Field induced oxidation of silicon by SPM: Study of the mechanism at negative sample voltage by STM, ESTM and AFM", Appl. Phys. A, Vol. 66, pp. S791-S795.
13. F. S.-S. Chien, et al, 2000, "Nanometer-scale conversion of Si₃N₄ to SiO_x", Appl. Phys. Lett., Vol. 76, No. 3, pp. 360-362.
14. R. Klausner, et al, 2001, "Oxidation states in scanning-probe-induced Si₃N₄ to SiO_x conversion studied by scanning-probe-induced microscopy", Appl. Phys. Lett., Vol. 79, No. 19, pp. 3143-3145.
15. A. J. Steckl, H. C. Mogul, and S. Morgen, 1992, "Localized fabrication of silicon nanostructures by focused ion beam," Appl. Phys. Lett., Vol. 60, No. 15, pp. 1833-1835.
16. O. Yavas, C. Ochiai, M. Takai, A. Hosono, and S. Okuda, 2000, "Maskless fabrication of field-emitter array by focused ion and electron beam", Appl. Phys. Lett., Vol. 76, No. 22, pp. 3319-3321.
17. J. A. Kan, A. A. Bettiol, and F. Watt, 2003, "Three-dimensional nanolithography using proton beam writing", Appl. Phys. Lett., Vol. 83, No. 8, pp. 1629-1631.
18. M. D. Austin, and S. Y. Chou, 2003, "Fabrication of 5 nm linewidth and 14 nm pitch features by nanoimprint lithography", Appl. Phys. Lett., Vol. 84, No. 26, pp. 5299-5301.
19. J. W. Park, N. Morita, and D. W. Lee, 2004, "Tribo-nanolithography of silicon in aqueous solution based on atomic force microscope", Appl. Phys. Lett., Vol. 85, No. 10, pp. 1766-1768.
20. N. Kawasegi, et al., "Transmission electron microscope observation of amorphous layer fabricated utilizing tribo-nanolithography," Appl. Phys. Lett., unpublished.
21. J. W. Park, N. Kawasegi, N. Morita, and D. W. Lee, 2004, "Mechanical approach to nanomachining of silicon using oxide characteristics based on tribo nanolithography (TNL) in KOH Solution", J. Manuf. Sci. Eng.-Trans. ASME, Vol. 124, No. 4, pp. 801-806.