

# Fabrication of Nb SQUID on an Ultra-sensitive Cantilever

Yun Won Kim<sup>a,b</sup>, Soon-Gul Lee<sup>b</sup>, Jae-Hyuk Choi<sup>\*,a</sup>

<sup>a</sup> Korea Research Institute of Standards and Science, Daejeon, Republic of Korea

<sup>b</sup> Korea University, Jochiwon, Chungnam, Republic of Korea

(Received 9 August 2009; revised or reviewed 7 October 2009; accepted 9 October 2009)

## Nb SQUID가 탑재된 초고감도 캔틸레버 제작

김윤원<sup>a,b</sup>, 이순걸<sup>b</sup>, 최재혁<sup>\*,a</sup>

### Abstract

Superconducting quantum phenomena are getting attention from the field of metrology area. Following its first successful application of Josephson effect to voltage standard, piconewton force standard was suggested as a candidate for the next application of superconducting quantum effects in metrology. It is predicted that a micron-sized superconducting Nb ring in a strong magnetic field gradient generates a quantized force of the order of sub-piconewtons. In this work, we studied the design and fabrication of Nb superconducting quantum interference device (SQUID) on an ultra-thin silicon cantilever. The Nb SQUID and electrodes were structured on a silicon-on-insulator (SOI) wafer by dc magnetron sputtering and lift-off lithography. Using the resulting SOI wafer, we fabricated V-shaped and parallel-beam cantilevers, each with a 30- $\mu\text{m}$ -wide paddle; the length, width, and thickness of each cantilever arm were typically 440  $\mu\text{m}$ , 4.5  $\mu\text{m}$ , and 0.34  $\mu\text{m}$ , respectively. However, the cantilevers underwent bending, a technical difficulty commonly encountered during the fabrication of electrical circuits on ultra-soft mechanical substrates. In order to circumvent this difficulty, we controlled the Ar pressure during Nb sputtering to minimize the intrinsic stress in the Nb film and studied the effect of residual stress on the resultant device.

*Keywords* : Nb, Thin film, Superconductor, SQUID, Ultra sensitive, Cantilever

### I. Introduction

나노 과학과 기술의 발전은 마이크로 뉴턴 및 그 이하의 힘 측정을 필요로 한다. 매우 작은 영역대의 정확한 힘 측정은 나노 공학 [1]에서 매우 작은 질량의 정의뿐만 아니라, 나노

바이오 분야의 DNA 이중나선풀기, 단백질 폴딩 [2] 등 단일 생체분자 연구와 자연 기본힘 연구 등과 같이 고도의 정밀도를 요구하는 분야에서 매우 중요하다. 기존의 힘 소자 교정 방식이 적용되지 않거나 한계를 보이는 극소 힘 영역을 위해 새로운 정밀측정 방법들이 제안, 연구되고 있다 [3]. 최근 피코뉴턴 영역에서는 양자기반 힘 측정 및 발생 방식이 제안되었다 [4]. 자기력을 이용하는 이 방법은 초전도

\*Corresponding author. phone : +82 42 868 5712

e-mail : jhchoi@kriss.re.kr

자속양자 현상을 활용해 양자단위로 힘을 발생시키고 이를 측정대상 힘과 비교 측정한다는 점이 다른 극소 힘 측정 방법과 차별화된다.

양자 기반의 힘 발생은 초고감도 마이크로 캔틸레버 위에 초전도링이 올려져 있는 형태의 소자를 사용한다. 초전도링이 외부 자기장 기울기 내에 놓이게 되고, 초전도 상태에서는 초전도링을 통과하는 자속이 양자화되며, 이 양자화된 자속에 의해 서브 피코뉴턴 크기의 일정한 힘 단위를 가지게 된다. 초전도링에 트랩된 자속양자수가 증가할수록 일정한 힘 단위의 정수 배에 해당하는 힘이 발생하게 되고 초고감도 마이크로 캔틸레버가 이에 반응하여 변위를 발생하게 된다.

본 연구는 자속양자를 이용한 피코뉴턴 힘 발생 및 측정 [5]에 있어 초전도링의 구조를 크게 변경하지 않고 마이크로 사이즈의 초전도 양자간섭장치(SQUID)로 개선하기 위한 연구의 일환으로 수행되었다. 이를 통해 초전도 고리에 들어가는 자속양자의 수를 정확하게 측정할 수 있게 된다. SQUID를 이용한 양자기반의 힘 측정을 위해서는 SQUID 내의 자속양자 측정과 컨트롤을 위한 초전도 기술 [6]과 초전도회로 및 신호선이 탑재된 초고감도 마이크로 캔틸레버 제작 기술을 필요로 한다. 본 논문에서는 SQUID가 탑재된 초고감도 마이크로 캔틸레버 제작기술 연구를 다루고자 한다.

## II. SQUID Fabrication

극소 힘 측정소자 제작에 있어 자속양자를 트랩하는 부분인 초전도양자간섭장치(SQUID)는 Niobium(Nb) 초전도체를 사용하였다. Nb 초전도체는 캔틸레버 위에 탑재 되어야 하는 점을 감안할 때, 캔틸레버 구조물의 민감도가 높으므로, 증착 시 최대한 기관훼손이 적고, 증착 후 열처리 공정이 없으며, 증착 시 기관의 온도가 높지 않도록 증착이 가능하다는 점에서 자속양자 측정용 소자제작에 적합하다.

Nb를 SQUID 소자제작의 초전도체로 사용하기 위해서는 Nb의 임계특성 확보가 필요하였다. 본 실험실에서는 앞선 실험 [6]에서 e-beam lithography 방법을 통하여 Si 기관 위에 다양한

선폭의 박막선 패턴을 내고, Nb를 상온의 UHV (Ultra High Vacuum) 챔버에서 DC 마그네트론 스퍼터를 이용하여 아르곤 가스 분위기에서 두께를 변화 하면서 증착 하였다.

제작된 박막선 샘플에 대해 선폭별, 두께별 전기적 임계특성을 정밀 조사하였다.

이 실험으로 얻은 데이터를 바탕으로 자속양자 측정과 컨트롤을 위한 SQUID를 Fig. 1과 같이 디자인 [6]하였다. Fig. 1-(a)는 기존의 초전도링 구조를 전체적으로 유지하면서 임계전류 특성결과를 토대로 설계한 자속양자 고리 겸 자속양자 측정용 SQUID의 설계 개념도 이며, Fig. 1-(b)는 설계한 SQUID 회로의 작동을 도식화 한 것이다. 이 SQUID 디자인은 공정과정이 복잡하지 않아 제작이 용이한 브릿지 타입이며, 본 실험에서는 두께 = 50 nm,  $a = 5 \mu\text{m}$ ,  $b = 10 \mu\text{m}$ ,  $w = 3 \mu\text{m}$ ,  $c = 2 \mu\text{m}$ ,  $d = 2 \mu\text{m}$ 의 크기로 제작 하였다.

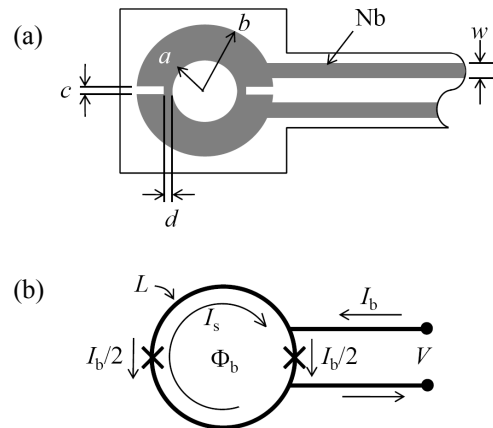


Fig. 1. Schematic (a) and operational circuit diagram (b) of the superconductor SQUID loaded on the cantilever head. [6] As weak links, narrow bridges were used for the convenience of device fabrication.  $I_b$  and  $\Phi_b$  are bias current and flux.

Fig. 2는 SQUID 설계 개념도에 따라, SOI (Silicon on Insulator) 웨이퍼 윗면을 RIE (Reactive Ion Etching)로 캔틸레버 패턴으로 식각하고, 그 위에 Nb SQUID를 증착한 광학 현미경 사진이다. 제작된 Nb SQUID는 Clem 과 Brandt [8]의 이론적인 계산결과 식 (1)의해 인덕턴스를 근사적으로 계산할 수 있다.

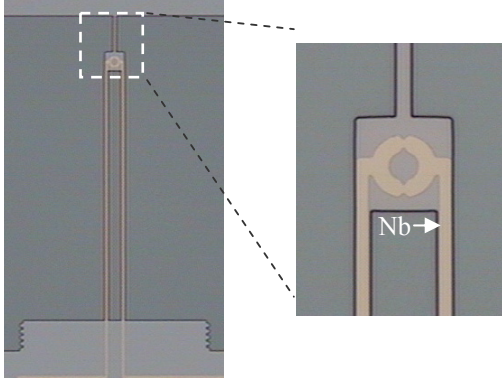


Fig. 2. Optical microscope image of the Nb SQUID loaded on a parallel-beam cantilever pattern. A short bridge at the top is to be cut finally.

$$L = \mu_0 a \left[ 1 - 0.197 \left( \frac{a}{b} \right) - 0.031 \left( \frac{a}{b} \right)^5 + \left( 1 + \frac{b}{a} \right) \tanh^{-1} \left( \frac{a}{b} \right) \right] \quad (1)$$

제작된 소자의  $a$ ,  $b$  값을 대입하여 계산하면, 고리의 인덕턴스  $L$ 은 16 pH이며, Nb의 자기장 침투 깊이 효과에 의한 약 5% 정도의 인덕턴스 상승을 고려할 때 17 pH 가량 됨을 알 수 있다. 인덕턴스가 17 pH인 SQUID는 10개의 자속 양자를 트랩 하기 위해  $I = 10\Phi_0/L$ 에 의해 1.2 mA의 전류를 필요로 한다. 본 실험에서 제작한  $d = 2 \mu\text{m}$ 이고, 두께가 50 nm인 Nb SQUID의 경우 임계 전류 밀도( $J_c$ )가  $2.38 \times 10^6 \text{ A/cm}^2$ 이므로 [7] 임계전류 ( $I_c$ )는 2.7 mA이다. 따라서 제작된 SQUID는 20개의 자속양자를 충분히 트랩 할 수 있다.

### III. Nb Film Stress

기존의 링 형태에서 SQUID 형태로 개선 하면서 고려해야 하는 점이 SQUID를 컨트롤 하기 위한 전류 및 전압단자가 캔티레버 위에 놓이게 되면서 생기는 캔티레버의 휨(bending) 현상이다. Nb과 Si 기판 사이에 발생하는 응력에 의해 캔티레버가 휘어지게 되는데, 이 문제점에 대한 해결책으로서 Nb박막 증착시 내부 응

력(intrinsic stress)에 큰 영향을 주는 것으로 알려져 있는 챔버 내 아르곤 분압을 조절하여 내부 응력을 제거 하거나 최소화하는 방법을 시도하였다. Nb 박막이 Si 기판에 구속되어 있으므로 박막 내부의 응력이 기판에 변형도(strain)을 유발시켜 기판을 원래의 똑바른 상태로부터 휘어지게 한다.

기판의 휘어짐을 광간섭계(optical interferometer) 방법으로 측정 하였는데, 4 inch Si 웨이퍼에 박막을 증착 하여 증착 전과 후의 기판의 곡률 차이를 측정해서 내부 응력을 구하였다. 증착된 Nb 박막의 두께는 50 nm 이다. 박막과 기판의 열 팽창계수의 차이 때문에 생기는 열에 의한 응력은 증착 시 기판이 냉각수에 의해 충분히 냉각되었으므로 무시 할 수 있다.

Fig. 3은 스퍼터링 중 아르곤 가스의 압력을 0.7 Pa에서 2.2 Pa 까지 변화 시켰을 때, Nb 박막과 Si 기판 사이에 발생하는 응력의 변화를 보여주는 그래프이다. 챔버내 아르곤 가스 분압이 2.0 Pa 보다 낮은 압력에서는 수축응력을 받고, 압력이 증가함에 따라 점차 감소하여 아르곤 분압 2.0 Pa 부근을 기준으로 인장응력으로 바뀔을 확인 할 수 있다. SQUID가 탑재된 캔티레버 제작 시 캔티레버가 휘어지지 않게 하는 Nb 증착 조건은 스퍼터링 아르곤 분압이 2.0 ~ 2.1 Pa 부근임을 알 수 있으며, 무-응력

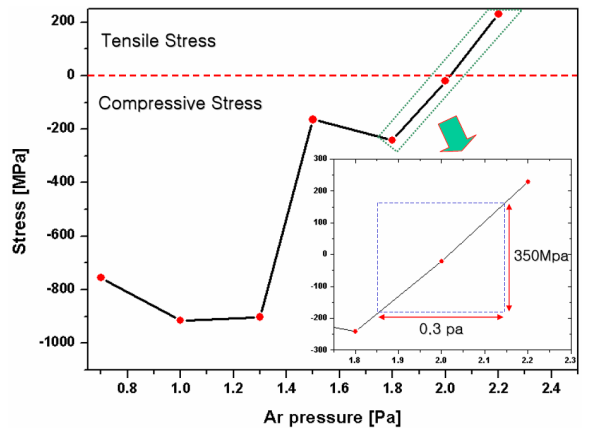


Fig. 3. Stress as a function of Ar sputtering pressure ( $P_{Ar}$ ). Inset is an enlarged plot of stress near a zero-crossing point. A square in the inset corresponds to Ar pressure variation from 1.85 Pa to 2.15 Pa.

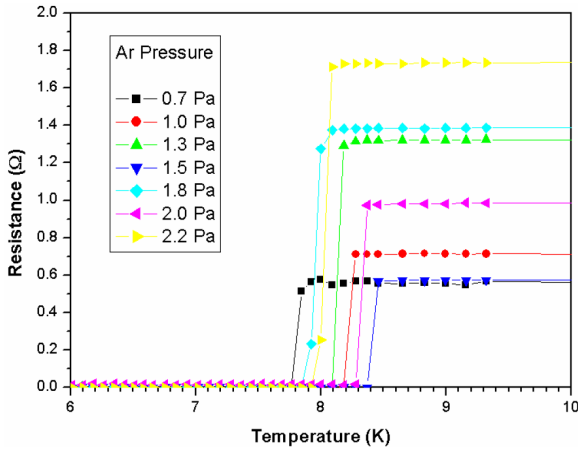


Fig. 4. Resistance versus Temperature for Nb thin film of different Ar sputtering pressures. Critical temperature is 8.3 K for the Ar pressure of 2.0 Pa (stress-free condition).

(stress-free) 조건 부근 확대 그래프에서 보듯이, 아르곤 분압이 0.3 Pa 변할 때 응력이 350 MPa 변화 하는 것을 확인 할 수 있다. 즉, 미세한 챔버 아르곤 분압 차이에 의해서 큰 폭의 응력 변화가 발생할 수 있음을 유의해야 한다.

Fig. 4는 박막 증착 시 챔버내 아르곤 분압별 Nb 박막의 온도-저항 곡선이다. 박막의 두께가 50 nm로 매우 얇기 때문에 Nb 벌크 임계온도 9.2 K 보다 전체적으로 낮은 임계온도를 보인다. 작게는 7.8 K에서 8.4 K까지 크기를 보이며, 우리가 원하는 무-응력 지점인 2.0 Pa에서  $T_{c, offset}$ 이 8.3 K이며, 전이 폭  $\Delta T_c$ 가 0.5 K 미만으로 양질의 박막임을 확인 할 수 있다.

#### IV. Cantilever Fabrication

SQUID가 캔틸레버 위에 올리기 위해 Fig. 5에서 보듯이 기존의 (a) single - beam 형태에서 전류 및 전압단자를 포함할 수 있는 (b) parallel beam 형태와 (c) V - shape 형태의 캔틸레버로 변형하였다. (c) 형태의 캔틸레버는 기계적 안전성 때문에 원자힘 현미경용 캔틸레버로 널리 사용되고 있는 디자인이다.

캔틸레버 소자는 최대 길이 440  $\mu\text{m}$ , 폭 4.5  $\mu\text{m}$ , 두께 0.34  $\mu\text{m}$ 를 기본 치수로 디자인 되었다. 긴 레버 (a) 빔 (beam) 형태의 캔틸레버 용

수철 상수는 계산에 의해  $0.85 \times 10^{-4}$  N/m으로 예측되며, 이러한 캔틸레버 두 개가 평행하게 놓여 있는 형태 (b) parallel beam은  $1.7 \times 10^{-4}$  N/m이다. (c) V - shape 형태의 캔틸레버 용수철 상수는 식 (2)에 따라 계산 했을 때 [9]  $1.5 \times 10^{-4}$  N/m 이다.

$$k = \frac{Et^3w}{2L^3} \cos \theta \left\{ 1 + \frac{4w^3}{b^3} (3 \cos \theta - 2) \right\}^{-1} \quad (2)$$

식 (2)의 E는 Silicon의 Young's Modulus이며, t, w, L, b는 각각 캔틸레버의 두께, 길이, 두 빔의 거리이다. 그리고  $\theta$ 는 두 빔이 이루는 각도이다. (b), (c) 디자인은 (a) 형 캔틸레버와 비교하여 용수철 상수를 크게 변화시키지 않으며 SQUID 신호선을 올릴 수 있다. 특히 (c) 디자인은 기계적 안전성 즉, 공정 중 발생 되는 비틀림 힘에 강점을 보일 것으로 판단 된다.

Fig. 5에서 보듯이 캔틸레버의 끝부분에는 사각판이 있으며 이 위에 Nb SQUID가 증착 되게 된다. (a)와 (b) 형은 사각판 아래에 변위 측정용 레이저를 반사하기 위한 반사판이 있으며, 반사판이 없는 (c) 형태의 캔틸레버는 사각판 뒷면이 반사판 역할을 하게 된다.

제작 공정을 간단히 기술하면, 먼저 SOI (Silicon on Insulator) 기판의 윗면 실리콘 부분을 광묘화(Photo- lithography) 방법과 RIE etching을 사용하여 (b), (c) 형태의 디자인으로 캔틸레버 패턴을 만든 후, 앞서 언급한 구조의 Nb SQUID를 스퍼터링 방법으로 2.0 Pa의 아르곤 분압에서 50 nm 두께로 올린 뒤, 1  $\mu\text{m}$  두께의

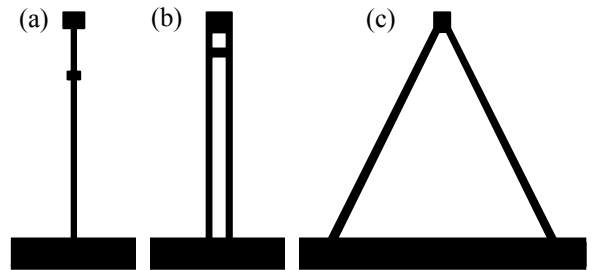


Fig. 5. Different types of micro cantilevers design. (a) Single-beam (b) Parallel beam (c) V - shape. (b), (c) types are for a SQUID loaded cantilever.

실리콘 산화막(silicon oxide) 보호층을 올렸다. 그리고 웨이퍼 뒷부분 450  $\mu\text{m}$ 의 실리콘을 Deep RIE를 이용해 에칭하였다. 실리콘 산화막을 B.O.E(buffered oxide etchant)로 제거하면 캔틸레버 칩이 실리콘 프레임에 약하게 연결된 형태로 남게 되며, 마지막으로 C.P.D(critical point drying)을 거치면 최종적인 소자를 얻게 된다.

Fig. 6은 최종적으로 제작된 SQUID가 탑재된 캔틸레버 소자의 전자주사현미경(SEM) 사진이다. Fig. 6(a), (b)에서 보듯이 캔틸레버는 사각판 부분이 반대편 Si 기판에 짧은 지지빔으로 연결된 브릿지 형태를 하고 있으며, 캔틸레버 제작 공정 중 휘어지는걸 방지하기 위해서 공정 진행 중에는 브릿지 형태를 유지한다. 공정 완료 후 Focus Ion Beam(FIB)으로 캔틸레버 사각판 윗 부분을 잘라 넘으로써 초고감도 캔틸레버가 완성된다.

Fig. 6(c), (d)는 공정 과정 중 지지빔이 끊어지면서 구조체가 응력을 이기지 못하고 휘어진 사진이다. 아르곤 분압의 조절을 통해 응력을 최소화한 조건에서 Nb를 증착 했음에도 불구하고 최종 소자에서 발생한 응력의 원인을 밝히기 위해, 공정 과정에서 발생할 수 있는 열

적 응력 발생의 가능성을 조사하였다. 캔틸레버 소자 위의 Nb SQUID와 동일한 조건으로 Nb 박막이 증착된 4 inch 웨이퍼를 캔틸레버 제작공정을 그대로 거치게 한 후, 변화된 Nb와 Si 웨이퍼 사이의 응력을 확인하였다. 그 결과 118 MPa의 수축응력이 생성된 것을 확인할 수 있었다.

이중막(bilayer) 캔틸레버에서 캔틸레버의 폭과 길이의 비가 0.1 미만일 경우 증착된 물질에 의해 생성된 응력은 초기 발생된 크기의 77.6 %가 캔틸레버에 가해진다는 실험 결과 [10]를 고려할 때 공정 과정에서 발생한 118 MPa의 스트레스 중 91.6 MPa이 실질적으로 캔틸레버가 휘어지는데 관여할 것으로 가정할 수 있다. 이중막 캔틸레버의 경우 응력에 의한 캔틸레버의 휘어짐 정도는 식 (3)을 통하여 계산할 수 있다 [11].

$$\delta = \sigma_f \frac{3L^2 t_f (1 - \nu_s^2)}{t_s^2 E_s} \quad (3)$$

( $\delta$ : 캔틸레버 최대변위,  $\sigma_f$ : 박막 스트레스,  
 $L$ : 캔틸레버 길이,  $t_f$ : 박막두께,  
 $\nu_s$ : Poisson ratio,  $t_s$ : 캔틸레버 두께,  
 $E_s$ : Young's modulus)

91.6 MPa 크기의 수축응력에 의한 캔틸레버의 최대변위는 각각의 변수를 대입하여 계산했을 때 246  $\mu\text{m}$ 으로 예측된다. 선형 근사식의 예측을 캔틸레버가 휘어져서 말린 실험결과와 직접 비교하기는 어려우나, 결과를 토대로 유추 해볼 때, 공정간 발생한 열적 응력에 의해 Fig. 6(c), (d)에서처럼 끊어져 휘어질 수 있음을 알 수 있다. 이 결과는 신호선을 포함한 Nb 초전도회로를 초고감도 캔틸레버 구조체에 올리는 것이 얼마나 기술적으로 어렵고 도전적인가를 보여준다. 공정 후 발생한 응력을 추가로 보상하거나 제거하는 방법이 필요로 하며, 브릿지 형태의 캔틸레버가 공정완료 이전에 이미 끊어져 버리거나 변형되는 것을 방지하기 위한 디자인 보완 또한 필요하다.

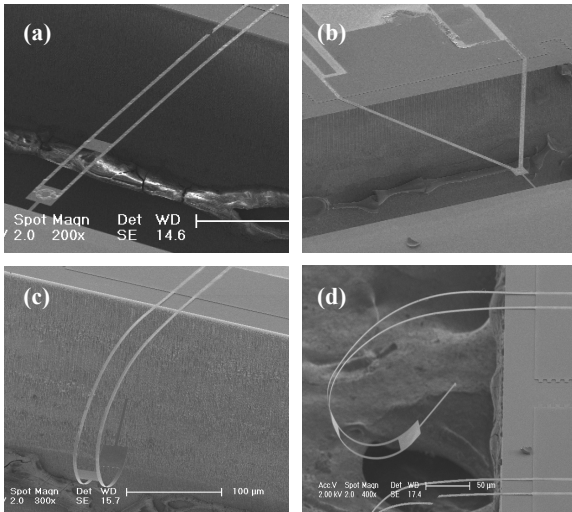


Fig. 6. Scanning electron microscope images of cantilever devices for flux-quantum based force generation. (a),(c),(d) parallel beam, (b) V - shape. (c), (d) show cantilever curling resulting from a thermal stress during fabrication process.

## V. Conclusion

본 연구에서는 SQUID를 이용한 양자기반의 힘 측정을 위해서 SQUID가 탑재된 초고감도 마이크로 캔티레버 제작 기술에 대해 탐구하였다. Nb 임계특성 측정 연구를 바탕으로 최적의 SQUID 디자인과 그에 적합한 캔티레버 디자인을 찾았다. SQUID 용 전류 및 전압단자가 캔티레버 위에 놓이게 되면서 발생하는 내부 응력을 제거하는 방법으로 Nb 증착시 무-응력 Ar 압력 조건을 조사하였다. 이 조건에 따라 Nb SQUID가 탑재된 캔티레버를 제작한 결과 다수의 캔티레버가 휘어지거나 끊어져 훼손되는 것을 발견하였다. 이 원인으로 Nb 박막이 증착될 때 발생하는 내부응력뿐만 아니라 공정 과정 중에 발생하는 열적 응력에 의해서도 캔티레버가 크게 영향을 받음을 응력 비교 실험을 통해 확인하였다. 캔티레버 휨 현상은, 공정 완료된 브릿지 형태의 캔티레버 뒷면에 추가적인 증착을 통하여 공정간 발생된 응력을 상쇄하고, 브릿지 형태의 캔티레버가 공정완료 이전에 끊어져 버리거나 변형되는 것을 방지하기 위해 캔티레버 구조를 강화함으로써 해결할 수 있을 것으로 본다.

## References

- [1] J. Kehrbusch, E. A. Ilin, M. Hullin, and E. Oesterschulze, "High frequency columnar silicon microresonators for mass detection", *Appl. Phys. Lett.*, vol.93, pp.023102 (2008).
- [2] Bornscholgl, T., and Rief, M., "Single Molecule Unzipping of Coiled Coils: Sequence Resolved Stability Profiles", *Phys. Rev. Lett.* Vol.96, pp.118102 (2006).
- [3] N. A. Burnham, X. Chen, C. S. Hodges, G. A. Matei, E. J. Thoreson, C. J. Roberts, M. C. Davies and S. J. B. Tendler, "Comparison of calibration methods for atomic-force microscopy cantilevers", *Nanotechnology*, vol.14, pp.1-6 (2003).
- [4] J. H. Choi, M. S. Kim, and Y. K. Park, "Quantum-based mechanical force realization in piconewton range", *Appl. Phys. Lett.*, vol. 90, pp. 073117 (2007).
- [5] J. H. Choi, Y. W. Kim, K. C. Lee, Y. K. Park, H. Y. Lee, H. K. Song, "Cantilever Devices for Flux Quantum-based Force Generation", *Journal of the Korean Society of Precision Engineering*, vol. 25, pp. 103-104 (2008).
- [6] S.-G. Lee, Y. W. Kim, J.-H. Choi, M. Y. Kim, "Control Schemes of Quantum-Based Pico-Newton Force Measurement", *IEEE Trans. Appl. Supercon.*, vol. 19, pp. 757-760 (2009).
- [7] Y. W. Kim, Y. H. Kahng, J.-H. Choi, S.-G. Lee, "Critical Properties of Submicrometer-Patterned Nb Thin Film", *IEEE Trans. Appl. Supercon.*, vol. 19, pp. 2649-2652 (2009).
- [8] E. H. Brandt and J. R. Clem, "Superconducting thin rings with finite penetration depth.", *Phys. Rev. B* vol. 69, pp. 184509 (2004).
- [9] John Elie Sader, "Parallel beam approximation for V-shaped atomic force microscope cantilevers.", *Rev. Sci. Instrum.* vol. 66, pp. 9 (1995).
- [10] Max Ti-Kuang Hou and Rongshun Chen, "A new residual stress measurement method using ultra-wide micromachined bilayer cantilevers", *J. Micromech. Microeng.* vol. 14, pp. 490-496 (2004).
- [11] B. S. Berry and W. C. Pritchett, "Internal stress and internal friction in thin-layer microelectronic materials", *J. Appl. Phys.* vol. 67, pp. 3661 (1990).