2012년 2월 석사학위논문

# AFM 기반의 초소형 PCD 공구를 이용한 표면 가공에 관한 연구

# 조선대학교 대학원 첨단부품소재공학과 김 선 호

# AFM 기반의 초소형 PCD 공구를 이용한 표면 가공에 관한 연구

A Study of AFM Based on Mechanical Surface Machining using Micro PCD Tool

2013년 2월 25일

# 조선대학교 대학원 첨단부품소재공학과 김 선 호

# AFM 기반의 초소형 PCD 공구를 이용한 표면 가공에 관한 연구

지도교수 박 정 우

이 논문을 공학석사학위신청 논문으로 제출함.

# 2012년 11월

# 조선대학교 대학원

첨단부품소재공학과

김 선 호

# 김선호의 석사학위 논문을 인준함.

위원장	조선대학교	卫	수	김	택	현	୧
위 원	조선대학교	교	ተ	정	낙	규	୧
위 원	조선대학교	卫	수	박	정	ዯ	୧

2012년 11월 30일

# 조선대학교 대학원

LIST OF TABLES		Ι
LIST OF FIGURES		Π
LIST OF PHOTOGRA	APHS	V
ABSTRACT		VI

제	1	장	서	론	••••••	1
	-	1 - 1	연구	배경		1

1-2 연구목적 및 내용		5
---------------	--	---

# 제 2 장 초소형 PCD 공구 제작과 실험 방법 ..... 8

2-1 초소형 PCD 공구의 제작 ...... 8

제	3	장	PR의	표면	가공	특성	•••••	20
---	---	---	-----	----	----	----	-------	----

3-1 실리콘 웨이퍼 표면에의 PR 도포 ..... 20

3-2 PR 시편 표면의 마이크로 패턴 가공 실험 ..... 24

3-2-1 S-type의 초소형 PCD 공구를 이용한 PR의 기계

- 가공 특성 ..... 25
- 3-2-2 F-type의 초소형 PCD 공구를 이용한 PR의 기계
  - 가공 특성 ..... 28

# 제 4 장 Cu의 표면 가공 특성 ..... 31

- 4-2 증착된 Cu 시편 표면 가공 특성 실험 ...... 38
  - 4-2-1 힘의 변화에 따른 증착된 Cu의 표면 가공 …… 38

4-2-2 가공 Pitch의 변화에 따른 증착된 Cu의 표면

- 4-3 결과 및 고찰 ………………………………………………………… 45

## 참고문 헌

# LIST OF TABLES

Table	1	Cantilever for TNL 1	19
Table	2	Pulse condition of electrochemical process	33

# LIST OF FIGURES

Fig. 1 Electrochemically induced thin oxide line
Fig. 2 AFM oxidation on Al surface using water bridge
Fig. 3 DPN (Dip-Pen Nanolithography) 4
Fig. 4 Mechanical scratched on substrate
Fig. 5 Nanofabrication using FIB
Fig. 6 AFM topography image of letters on a $SiO_2$ surface with a line
width of 40 nm ······ 6
Fig. 7 Parallel cantilever array for AFM oxidation (left) and reading,
writing, erasing for data storage (IBM, right)6
Fig. 8 Conventional cantilever for TNL with random shaped diamond tip 8
Fig. 9 Available flexural rigidity, kb range of cantilever 10
Fig. 10 Flexural rigidity, kb plotted according to the cantilever length $\cdots$ 11
Fig. 11 Anisotropic etching on (100) silicon wafer [wet etching] 11
Fig. 12 Fabrication procedure of cantilever 12
Fig. 13 SEM images of cantilever
Fig. 14 Fabrication process of PCD array tool
Fig. 15 SEM images of pyramidal PCD tool
Fig. 16 SEM images of fabricated cantilever
Fig. 17 Experimental procedure: (a) sample cleaning process, (b) PR
coating process, (c) nano-machining with micro-PCD tools 22
Fig. 18 PR thickness variation according to spin speed (rpm): (a) PR
performance, (b) experimental performance
Fig. 19 Experimental conditions of the PR spin-coating process
Fig. 20 Two different types of experiments: (a) S-type experiment
using the sharp cutting edge of a micro-PCD tool, (b) F-type
experiment using the front side of a micro-PCD tool
Fig. 21 AFM topographic image of a single line fabricated using
micro-PCD tools: (a) under a normal load of 0.79 mN, (b)
under a normal load of 1.58 mN

Fig. 22 AFM topographic image of a single line fabricated using
micro-PCD tools: (a) under a normal load of 2.37 mN, (b)
under a normal load of 3.16 mN
Fig. 23 AFM topographic image of a single line fabricated using F-type
micro-PCD tools: (a) under a normal load of 0.79 mN, (b) under
a normal load of 1.58 mN, (c) under a normal load of 2.37 mN,
(d) under a normal load of 3.16 mN
Fig. 24 Depth variation of a micro-machined surface according to normal
force for S-type and F-type micro-PCD tools
Fig. 25 Principle of electrochemical process
Fig. 26 Optical microscope image of Cu surface using ECP(125 Hz ) $$
(a) x13.4 (b) x20 (c) AFM topography image
Fig. 27 Optical microscope image of Cu surface using ECP(525Hz)
(a) x13.4 (b) x20 (c) AFM image
Fig. 28 Experimental of micro mold fabrication process using ECP and
PCD tools
Fig. 29 AFM topographical image of Cu surface using ECP
(225Hz, 0.5A, 8V, Duty factor 50%, Pulse Time 2.2ms, Pause Time
2.2ms, 300sec)
Fig. 30 AFM topography of a Cu plate micro machined surface for various
normal loads applied to the micro-PCD tool
Fig. 31 AFM topographical image of the line fabricated using a
micro-PCD tool on Cu powder deposited on a Si wafer for

Fig. 34 Depth variation of a micro-machined surface according to normal force 41

- Fig. 39 AFM image of Chosun Uni. C. I fabricated using a micro-PCD tool on Cu powder deposited on a Si wafer for a pitch of 200 nm … 45

# LIST OF PHOTOGRAPHS

Photo.	1	Process of etching for cantilever
Photo.	2	Equipment for gluing to diamond tip 17
Photo.	3	Picture of PR-Si wafer sample surface
Photo.	4	Depth variation of micro machined surface according to various
		normal loads of micro PCD tools. (a) CCD image of TNL process
		on sample surface (b) micro machining process using micro PCD
		tools

## ABSTRACT

# A Study of AFM Based on Mechanical Surface Machined using Micro PCD Tool

Kim, Sun-Ho

Advisor : Prof. Park, Jeong-Woo, Ph.D. Dept. of Advanced Part & Materials Engineering,

Graduate School of Chosun University

Electronic devices, such as smart phones and LED (Light Emitting Diode) television, provide more functions in increasingly smaller and thinner sizes. Thus, the conducting lines for all electronic components are becoming finer. This study demonstrates precise nano scale patterning with an AFM (Atomic Force Microscopy) based PCD (Poly-Crystalline Diamond) tool on a PR (Photo Resist) and Cu deposited Si plate. The objective is to create more precise patterns, beyond the limits of existing electrochemical microscale processing, by using a mechanical machining process. AFM based micro patterning is carried out via a mechanical nano patterning process, TNL (Tribo-Nanolithography), on the coated surface made by spreading PR over sample. Thus, PR is locally removed by TNL. The case of Copper sample is created Copper deposited on Si plate surface by sputtering. And Cu is locally removed by TNL. The nano-pattern fabrication process is completed by removing the remaining chips from the Cu deposited surface. The fabricated pattern sample is used not only as a conducting line, but also as a precise electrode tool. The electrode tool created by these machining processes is mounted on a workpiece surface (Cu deposited Si plate) for electrochemical imprinting. The machining of precise nano-patterns via these processes will be applied to middle- or large-scale parallel electrode tool arrays for pulse electrochemical nano-imprinting.

### 제1장서론

#### 1-1 연구배경

최근 기술개발에 따른 마이크로-나노 기술이 적용된 기계 및 전자기기들이 사회 전반에 보급되었으며, 좀 더 얇고, 좀 더 가볍고, 좀 더 작은 기기들이 요구되고 있 다. 그러나 주로 사용되고 있는 MEMS (Micro Electro Mechanical Systems) 공정 기반의 마이크로-나노 단위의 과학 및 기술은 빠르게 한계점에 도달하고 있 으며, 이를 대체 할 수 있는 새로운 나노 스케일의 가공방법이 필요하게 되었다. 특히 IT, NT, BT, ET 등 모든 산업에서 필요로 하는 마이크로-나노기반 초정밀/ 초미세 고부가가치 제품 생산을 위한 차세대 가공시스템 기술개발과 기반기술인 마이크로-나노 하이브리드 가공기술이 요구되고 있다.

기존에 적용되던 마이크로-나노 단위의 정밀 가공기술은 Photo lithography, Electron-beam lithography, Xray lithography 등 MEMS 기반의 가공 기술이 주로 사용되고 있으나 이 기술들은 마이크로-나노 구조물을 가공하는데 수많은 공 정을 거쳐야 하며 매우 높은 수준의 청정도를 가지는 장소와 장치 및 시약 등이 요구되어 비용문제의 단점이 있다. 특히 매우 정밀한 패턴을 제작함에 있어서 재료 와 제조 장비의 영향을 많이 받고 있으며 금과 은을 제외한 다른 전도성 금속 물 질의 경우 일반적인 빔을 이용한 패턴 가공이 아닌 전기적인 방식을 적용한 하이 브리드 가공 방식을 적용해야 한다. 그러나 이러한 하이브리드 가공방식 또한 가공 및 패턴의 크기에 제약을 받고 있다.<sup>1-2)</sup>

이렇게 MEMS 공정을 이용한 가공법 이외에 마이크로 단위의 미세 탐침을 이용 하여 미세 면적에서의 표면을 측정하는 SPM (Scanning probe microscope) 으 로 가공하는 방식이 있다. 이 방식은 측정용 미세 탐침을 가공의 용도로 사용함으 로써 MEMS 공정을 이용한 가공방식 보다 더 낮은 단위에서의 미세 가공을 통한 패턴 형성이 가능하다. 원자 스케일로 측정하기 위하여 발명된 SPM은 나노과학 및 나노기술의 연구에 필수적인 장치이다. 이러한 SPM의 표면 측정원리를 가공을 위한 수단으로 적용하여 나노 스케일의 미세가공 및 패턴형성을 시도하는 가공법 은 주로 초정밀 스테이지, AFM(Atomic Force Microscopy) 및 STM(Scanning Tunneling Microscopy)의 미세한 탐침 및 캔틸레버(cantilever)를 이용하여, 기 계적 또는 전기 화학적으로 패터닝 및 3차원 가공을 수행한다.

특히 최근 연구되는 나노 스케일의 미세 가공 방법은 AFM 및 STM의 탐침을 이용하는 방법으로, Dagata 그룹<sup>3)</sup> 이 최초로 제안한 탐침과 샘플 표면에서의 전기 화학적 반응에 의하여 생성된 산화물 형태의 패턴을 형성하는 전기화학적 산화가 공 방법과<sup>4)</sup> (Fig. 2) Mirkin 그룹<sup>5)</sup> 에서는 Fig. 3과 같이 잉크를 찍어 글자를 쓰 는 펜의 원리를 도입하여 DPN (Dip-Pen Nanolithography) 방식의 미세한 탐침 을 이용하여 물질을 샘플 표면으로 이동 시켜 특정 패턴을 형성하는 방법을 최초 로 개발하였다. 그리고 Morita 그룹<sup>6)</sup> 에서는 강한 강성을 가지는 탐침을 자체 제 작하여 Fig. 4와 같이 샘플의 표면에 AFM을 이용하여 직접적인 패턴 가공에 성공 하였다.

지금까지 기술한 방법 이외에도, 나노패터닝을 구현하기 위한 여타의 방법이 다수 연구되고 있다. 즉, 전통적인 전자빔을 이용한 패터닝 기술 이외에도 Fig. 5와 같 은 3차원 결과물을 가공하는 이온빔 밀링 (FIB)<sup>7-8)</sup> 을 이용한 방법, Proton 빔을 이용한 패터닝,<sup>9)</sup> 나노임프린팅 (Nano-imprinting) 기법을 이용한 나노패터닝,<sup>10)</sup> 열적현상을 이용한 표면 패터닝 (Thermally induced modification) 방법 등이 제 안되고 있으며, 이를 적용하여 나노스케일로의 접근을 위한 연구가 계속 진행되고 있다.

지금까지의 연구동향을 검토해 볼 때 AFM/STM 기반의 나노가공 공정은 대부 분 Single Tip 기반의 단선(Single line)을 형성하거나, 이러한 단선을 복수 형태 로 가공하여 중대면적으로의 확대를 도모하였으나 실질적으로 공구의 강성 및 내 구성의 문제로 인해 그 효율성이 떨어지는 커다란 단점을 안고 있다.

본 연구에서는 위에서 언급한 것과 같이 수많은 마이크로-나노 단위의 가공 방 법 중 가장 단시간에 최소한의 공정으로 패턴을 형성 가능한 기계적 방법의 마이 크로-나노 가공법에 주목하였다. 기계적 방법의 마이크로-나노 가공법은 여타의 다른 가공 방법들에 비해 패턴의 형성이 정확하며 가공 공구의 적절한 설계를 통 하여 가공하고자 하는 패턴의 크기를 수백 마이크로미터부터 수 나노미터까지 조 절이 가능하다는 장점을 가지고 있기 때문에 AFM을 이용한 기계적 방식의 가공법 을 통하여 마이크로-나노 패턴 가공을 연구하고자 한다.



Fig. 1 Electrochemically induced thin oxide line



Fig. 2 AFM oxidation on Al surface using water bridge



Fig. 3 DPN (Dip-Pen Nanolithography)



Fig. 4 Mechanical scratched on substrate

10 µ m



(a) FIB Milling(b) FIB MaskingFig. 5 Nanofabrication using FIB

#### 1-2 연구목적 및 내용

물질의 표면을 원자 스케일로 관찰하기 위하여 발명된 SPM, 즉 AFM 및 STM 을 이용한 방법의 경우에는 탐침과 샘플의 접촉 과 비접촉 방식에 따라서 크게 두 가지로 분류된다. 첫째는 탐침과 샘플이 접촉한 상태에서 기계적 또는 분자의 이동 에 의하여 원하는 패턴을 가공하거나 구조물을 형성시키는 방법이다. 두 번째 비접 촉 방식은 탐침과 샘플간의 미세한 전기화학적 반응을 통해 산화물을 형성시켜 패 턴화 하는 방법이다.<sup>11-17)</sup>

특히, 본 연구에서 접근하고자 하는 기계적 접촉식 마이크로-나노 패턴 가공<sup>18)</sup> 을 하기 위해서는 전통적 기계가공의 방법과 마찬가지로 가공을 위한 기계시스템 및 가공공구의 개발이 선행되어야 한다.

여기서 언급하는 가공시스템은 나노/마이크로 뉴턴(N)급의 힘을 제어할 수 있어 야 하고, 나노스케일의 이송이 적절히 Feed back 제어되어야만 한다. 따라서 기존 의 상용화 된 AFM 및 Nanoindenter가 나노가공의 가공시스템으로서의 활용성 측면에서 우수한 점수를 얻을 수 있으나, 일부 새로운 부품이 장착되는 절차가 진 행되거나, 새로운 형태의 가공시스템이 구축되어야 한다. 그러면 이러한 기계적 나 노가공의 공구역할을 하는 Tool의 개발에 있어서, 기존의 관련연구를 돌이켜보면 상용화된 실리콘 계열의 측정용 팁을 주로 사용하여 연질 표면 또는 SAM (Self Assembled Monolayer)의 표면 스크래치 등에 적용하였다.<sup>19)</sup> (Fig. 6)

최근에는 상용화 된 다이아몬드 코팅 탐침을 이용한 일부 경취성 재료에 대한 기계적 가공이 연구되었으나, 코팅 층의 두께 및 마찰에 의한 영향으로 쉽게 마모 가 되거나, 막의 벗겨짐 현상 등으로 인하여 궁극적인 나노가공용 공구로서의 역할 을 충실히 이행하지 못하는 단점이 있다.



Fig. 6 AFM topography image of letters on a SiO<sub>2</sub> surface with a line width of 40 nm



Fig. 7 Parallel cantilever array for AFM oxidation (left) and reading, writing, erasing for data storage (IBM, right)

현재까지의 기 수행된 연구결과에 의하면 TNL (Tribo-Nano Lithography) 방 법<sup>20-22)</sup>을 이용하여 2차원 또는 3차원 형상의 마이크로-나노 구조물을 형성할 수 있었다. TNL 프로세스는 AFM의 측정용 캔틸레버 대신에 Fig. 7 와 같은 가공성 이 있는 캔틸레버를 제작, 부착하여 측정과 가공을 동시에 수행할 수 있는 새로운 개념의 패터닝 방법이다.

본 연구에서는 이러한 형식의 마이크로-나노 가공방법을 기반으로 기존의 상용화 된 탐침보다 더 큰 강성을 가지는 탐침을 제작하여 실리콘 및 폴리계열의 물질과 같은 물체 표면뿐만 아니라 금속 물질의 표면에서 직접적인 가공을 통한 마이크로 -나노 패턴 가공성을 검토하고자 한다.

## 제 2 장 초소형 PCD 공구 제작과 실험 방법

#### 2-1 초소형 PCD 공구의 제작

기 수행된 현재까지의 연구결과에 의하면 TNL 방법을 이용하여 2차원 또는 3 차원 형상의 마이크로-나노 구조물을 형성할 수 있었다. TNL 프로세스는 AFM의 측정용 캔틸레버 대신에 가공성이 있는 캔틸레버를 제작, 부착하여 측정과 가공을 동시에 수행할 수 있는 패턴 가공 방법이다. 그러나 지금까지 사용되어진 캔틸레버 팁은 Fig. 8에서 보이는 것과 같은 랜덤형상의 팁이 부착되어 있었다. 따라서 본 연구에서는 TNL 프로세스에서 요구되는 높은 강성을 가지는 캔틸레버를 마이크로 패터닝 된 실리콘 웨이퍼를 습식 에칭을 통하여 제작하고, 공구의 역할을 하는 다 이아몬드 팁의 형상과 인선을, 마이크로 패터닝된 실리콘 몰드에 HF-CVD (Hot Filament Chemical Vapor Deposition) 를 이용하여 단결정 다이아몬드를 증착시 키고 이를 습식 에칭 하여 제작하였다.<sup>20-23)</sup>



Fig. 8 Conventional cantilever for TNL with random shaped diamond tip

#### 2-1-1 캔틸레버의 제작

AFM을 이용한 기계적 방식의 직접적 마이크로-나노 패턴 가공에 적합한 AFM 캔틸레버를 자체 제작하여 사용하였다.<sup>23)</sup> 기존의 상용화된 측정용 프로브와는 달 리 캔틸레버와 탐침을 분리하여 제작하였으며, 캔틸레버는 기존의 측정용 캔틸레버 를 바탕으로 가공을 하기 위해 큰 강성을 얻을 수 있는 길이와 폭, 두께를 계산하 여 설계하였다. 이는 탄성계수가 작을 경우 캔틸레버에 하중이 주어지면 쉽게 휘어 져 가공이 이루어지지 않기 때문이다. 반면에 탄성계수가 클 경우에는 하중이 주어 져도 쉽게 휘어지지 않고 견디기 때문에 소재에 가공이 일어나게 된다.

본 연구에서 사용될 캔틸레버는 기본적으로 강성이 월등히 높아야 하고, 끝단에 다이아몬드 팁을 부착하기 위한 공간이 있어야 한다는 두 가지 제약조건이 있다. 그러기 위해서는 Fig. 9의 해석결과와 같이 AFM에서 설정된 Z displacement의 최대수치 (PSIA XE-100 AFM Z displacement : 4 µm)를 기반으로 임의의 휨 강성에 대하여 최대 허용 수직하중을 계산할 수 있다.

이러한 제약조건을 충족시키는, 100 × 100 µm 크기의 피라미드 형 다이아몬드 팁을 캔틸레버 끝단에 부착시키기 위하여 이방성 에칭방법을 도입하고 다이아몬드 가 부착될 면의 너비를 100 µm 로 설정하였다. 따라서 Fig. 10에 도시된 바와 같 이, 단면의 형상은 (100)Si의 경우 양 끝단 경사각이 54.7°인 사다리꼴 형상이 며, 단순한 외팔보 형태의 외형을 가지게 된다. 따라서 캔틸레버 전체 길이(L)의 설계를 위해서는 식 (1)에 의하여 예측할 수 있다.

$$k_{b} = \frac{F}{x} = \frac{3EI}{L^{3}} = \frac{Et^{3} (6b^{2} + 6bb_{1} + b_{1}^{2})}{12L^{3} (2b + b_{1})}$$
(1)

where, 
$$b_1 = \frac{2t}{\tan 54.7^\circ}$$

Fig. 10의 예측결과에 의하면, 앞서 Fig. 9의 결과에서 도출된 허용치인 1000 N/m 이내의 휨강성을 가지는 캔틸레버 길이를 선택할 수 있다. 1000 N/m 의 경 우, 약 690 µm 이상의 길이가 되면 AFM의 기계적 허용치 및 실험요구조건에 충 족되는 수직하중을 구현할 수 있다. 따라서 본 연구에서는 약 750 µm 의 길이가 적절하다고 판단하여 제작하였으며, 이는 약 789 N/m 의 휨강성을 가지고, 최대 3.16 mN 까지의 수직하중을 전달할 수 있다.

캔틸레버를 제작하는 방법은 다음과 같다. 먼저 캔틸레버의 치수를 폭 50-100 μm, 길이 750 μm, 두께 약 50 μm 로 하여 마스크 패턴을 제작하였다. 완성된 캔 틸레버는 습식 패턴을 통해 만들어지므로 이방성 실리콘 웨이퍼의 습식 에칭 시 발생하는 Fig. 11과 같은 형상의 특징에 유의하여 설계를 하였다. 즉, 최종적으로 원하는 치수보다 크게 설계를 하여야 하는데, 약 70μm~80μm 정도를 추가하여 설 계하였다.



Fig. 9 Available flexural rigidity, kb range of cantilever



Fig. 10 Flexural rigidity, kb plotted according to the cantilever length



Fig. 11 Anisotropic etching on (100) silicon wafer [wet etching]

다음으로 완성된 캔틸레버 설계 도면을 이용하여 필름 마스크를 제작한다. 이 마 스크를 이용하여 포토 리소그래피 공정을 통해 실리콘 웨이퍼 위에 패턴을 제작하 게 된다. 그 방법은 Fig. 12에 나타낸 것과 같다. 먼저 실리콘 웨이퍼 위에 산화막 을 증착시키고, 그 위에 다시 PR층을 형성시킨다. 여기에 필름 마스크를 이용해 PR층을 노광시키면 빛이 닿은 부분은 없어지고 빛이 닿지 않은 부분이 남게 되는 데, 남겨진 부분이 산화층의 마스크 역할을 하게 된다. PR의 마스크 작용에 의해 산화층을 에칭 하였을 때 PR이 없는 부분만 에칭이 이루어져 실리콘 웨이퍼 위에 산화막의 패턴이 생성되게 된다. 패턴이 만들어진 실리콘 웨이퍼를 Photo. 1과 같 이 에칭액 KOH를 이용하여 습식 에칭을 통해 사다리꼴 형태의 단면 형상을 가지 는 최종적인 캔틸레버를 얻을 수 있다.

이방성 에칭의 특성에 의해 설계 과정에서 이용한 치수와 에칭 후 얻어낸 캔틸 레버의 치수 사이에 약간의 오차가 발생하게 된다. 그러므로 제작된 Fig. 13과 같 은 캔틸레버의 SEM 사진을 이용해 치수를 측정하고 이 치수를 이용해 탄성계수를 구하였는데, 그 결과 본 실험에 이용된 캔틸레버(길이 750µm 기준)의 탄성계수 값 은 789N/m으로 계산되었다.



Fig. 12 Fabrication procedure of cantilever



Photo. 1 Process of etching for cantilever



(a) A front view(b) A side viewFig. 13 SEM images of cantilever

#### 2-1-2 초소형 PCD 탐침 제작

본 실험에 이용된 AFM 프로브의 탐침은 PCD (Poly-Crystalline Diamond)를 이용하여 제작되었다.<sup>23)</sup> 다이아몬드는 매우 단단한 소재로 반복적인 가공을 행하 여도 마멸이 작게 일어나 가공용 소재로서 매우 적합하다. 하지만 다이아몬드의 매 우 높은 강성으로 인해 원하는 형상 및 크기로의 가공이 매우 어렵기 때문에 현재 주로 이용되는 탐침은 실리콘으로 탐침을 제작하여 다이아몬드를 코팅 한 것을 사 용 한다.

본 실험에서는 4개의 인선을 가지는 피라미드 형상의 PCD 탐침을 제작하여 이 용하였다. 피라미드 형상의 탐침의 제작 방법은 Fig. 14에 나타낸 바와 같다. 먼저 실리콘 웨이퍼 위에 산화층을 형성시키고 산화층에 패턴을 제작하는데, 100 µm × 100 µm 의 정사각형 형상으로 산화막을 제거시킨다. 그 다음 KOH 에칭 공정을 통해 산화막이 제거된 부분에 실리콘 웨이퍼를 제거시킨다. 마지막으로 남아있는 산화막을 제거하면 몰드가 완성된다. 이 몰드를 이용하여 HF-CVD를 이용하여 PCD를 증착시키고, 실리콘 웨이퍼는 습식 에칭을 통해 제거시키면 Fig. 15와 같 은 피라미드 형상의 마이크로 PCD 탐침을 얻을 수 있다.





(a) A top view(b) A side viewFig. 15 SEM images of pyramidal PCD tool

#### 2-1-2 초소형 PCD 공구 제작

AFM을 이용한 기계적 방식의 직접적 가공용 초소형 PCD 공구는 각각 제작한 가공용 고강성 캔틸레버의 상단에 마이크로 PCD 탐침을 부착하여 제작한다. 캔틸 레버에 다이아몬드 탐침을 부착하기 위해 Photo. 2와 같이 마이크로 스테이지를 변형시킨 간단한 장치를 제작, 이 장치와 현미경을 이용하여 에폭시 접착제를 사용 해 마이크로 PCD 탐침을 캔틸레버에 부착하였다.

캔틸레버와 마이크로 PCD 탐침의 크기가 매우 작아 에폭시 접착제를 이용하여 부착 시 에폭시 접착제의 사용량과 접착제의 건조시간, 부착 시 마이크로 PCD 탐 침의 인선 방향을 고려하여 초소형 PCD 공구를 제작하였다. 가공성 비교를 위해 마이크로 PCD 탐침의 인선방향을 고려하여 Fig. 16과 같이 S-type 초소형 PCD 공구 (Sharp cutting edge of a micro-PCD tool) 와 F-type 초소형 PCD 공구 (Front side of a micro-PCD tool) 2가지 형태의 초소형 PCD 공구를 제작하 였다.



Photo. 2 Equipment for gluing to diamond tip



(a) S-type micro PCD tool(b) F-type micro PCD toolFig. 16 SEM images of fabricated cantilever.

#### 2-2 실험장비

본 연구는 AFM기반 초소형 PCD 공구를 이용하여 기계적 방식의 직접적인 표 면 가공의 특성에 관한 연구로 기본적으로 AFM과 초소형 PCD 공구를 사용하여 실험을 실시하였다.<sup>24)</sup>

표면 가공 실험 시 사용된 AFM은 PSIA 사의 XE-100 모델로써 X, Y-stage 는 최대 이송거리가 25 mm × 25 mm 이며, 스테이지에 고정된 X, Y-scanner는 최대 50 µm × 50 µm 까지 측정 가능하다. 그리고 Z-scanner는 X, Y-scanner 와 분리되어 있고 최대 12 µm 까지 이동이 가능하다. 이러한 측정 범위 내에서 X, Y 축의 분해능은 0.1 mm 이며, Z축의 분해능은 이보다 훨씬 높은 0.01 nm 이다.

실험의 결과물을 측정하기 위해 사용된 캔틸레버는 길이 130 µm, 공진 주파수 75 ㎞, 팁 곡률 반경 40 nm 인 PSIA 사의 NSC 36 모델을 사용하여 반발력 28.74 nN 으로 균일한 힘이 작용하도록 고정시킨 접촉 모드 상태로 측정하였다.

AFM에 마운팅 되어 사용된 초소형 PCD 공구는 실험실에서 자체 제작 하였으 며, 789 N/m 의 강성을 가지며 자세한 제원은 Table 1 에 표시되어 있다.

초소형 PCD 공구의 인선방향에 따른 표면 가공 특성을 알아보기 위해 실리콘 웨이퍼 위에 도포한 PR (Photo Resist) 는 AZ-1512를 사용하여 700 nm 의 두 께로 도포하여 사용하였다. PR샘플과 Cu를 증착시킨 샘플의 실리콘 웨이퍼는 Silicon technology 사의 1~10 Ω•cm, p-type (100) 실리콘 웨이퍼, Prime Grade를 사용하였으며 4 inch 실리콘 웨이퍼를 20 nm × 10 nm 의 크기로 제작 하여 실험을 실시하였다.

PR 도포를 위한 스핀코터 및 가열기는 각각 Midas system 사의 7000 rpm 까 지 구동 가능한 SPIN1200D 모델과 Global lab 사의 최대 320 ℃ 까지 가열 가 능한 GLHPS-G Hot plate & Stirrer를 사용 하였으며, 샘플의 초음파 세척장치 를 이용한 세척 시 150W 급의 KODO 사의 NXPC-2010 (40 啦) 초음파 세척장 치를 사용하였다.

Cu의 증착을 위해 사용된 장비는 SUNIC SYSTEM 의 SUNICOAT-IS3000

In line sputter를 이용하여 Cu를 실리콘 웨이퍼 표면에 400 nm 로 증착하여 샘플 을 제작하였다.

표면 분석을 위해 사용된 SEM (Scanning Electron Microscope) 은 FEI Company 의 30 kV 에서 1.5 mm 의 분해능을 가지는 Quanta 200 FEG를 이용하 여 최대 40,000 x 까지 확대하여 이미지를 획득 하였으며, Cu의 증착 및 SEM 의 측정은 1,000 Class의 클린룸을 운영하고 있는 한국생산기술 연구원 광주나노 기술집적센터에 의뢰하여 공정을 진행하였다.

Length ( µm )	Width ( µm )	Thickness (μm)	Flexural rigidity ( N/m )	Torsional rigidity ( N/m )
500	50	45	2660	20400
750	50	45	789	13600
1000	50	45	333	10200
1250	50	45	170	8150

Table 1 Cantilever for TNL

## 제 3 장 PR의 표면 가공 특성

#### 3-1 실리콘 웨이퍼 표면에의 PR 도포

AFM 기반의 초소형 PCD 공구를 이용한 표면 가공 특성을 알아보기 위해 먼저 기존에 연구되어 왔던 MEMS 공정에서 주로 사용되는 PR에 대한 가공성을 확인 해 보았다.

먼저 기존의 그 어떤 연구팀에서 PR 표면에의 직접적인 기계적 가공을 통해 패 턴을 형성한 적이 없었기 때문에 일반적으로 MEMS 공정에서는 사용되는 PR의 두께를 참고하여 Fig. 17과 같이 실리콘 웨이퍼 위에 도포되는 PR의 두께를 결정, 도포하였다.<sup>25)</sup>

실리콘 웨이퍼 표면에 PR의 도포는 스핀코터를 이용하여 도포를 하는데 있어서 무엇보다도 실리콘 웨이퍼 표면의 상태가 가장 중요하다. 표면에 이물질이 있는 경 우 PR이 고르게 펴지지 못하고 이물질을 중심으로 한곳에 뭉쳐서 PR 의 균일한 도포에 영향을 미치게 된다. 이러한 이유로 실리콘 웨이퍼 샘플의 클리닝 프로세스 는 Fig. 17 (a)에서 보이는 것과 같이 매우 복잡한 과정을 거치게 된다.

샘플 표면에 자연적인 산화반응 또는 오염물질 및 유기물질이 PR 막 도포에 직 접적인 영향을 미치는 것을 방지하기 위하여, 본 연구에서는 Piranha cleaning [H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>(98 %) : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>(30 %) = 1 : 0.9] 에 의하여 웨이퍼의 세정공정을 수 행하였다. 그 후 표면에 생성된 화학 산화물이나 산화물 내에 포함된 금속오염물질 을 효과적으로 제거하기 위해 초음파 세정기 내에서 초순수 (3m), 아세톤 (3m), 초순수 (3m), 5 % DHF (Dilute HF) (30s), 흐르는 물 (2m), 초순수 (3m) 의 순서로 수행되었다.

이렇게 준비된 실리콘 웨이퍼 샘플은 스핀 코터에 로딩 후 표면에 PR 5 ml 를 떨어뜨린 후 표면 전체에 고루 퍼지기 위한 1단계, 막의 두께를 결정하는 2단계, 막을 전착시키는 3단계의 공정으로 PR을 도포하였다.

PR이 도포된 웨이퍼 시편은 일반적인 Photo lithography 공정에서 사용되는 soft baking 과정보다 조금 더 높은 온도인 100℃에서 10분 동안 가열하여 PR의 코팅을 모두 완료하였다.

스핀코터를 이용한 PR의 도포 시 2단계의 공정 시간이 길어질수록 PR의 두께는

얇아 졌으나, 일정 시간이 경과된 후에는 PR의 두께 변화가 미비하였다. 2단계의 공정 시간의 정도에 따라서 PR 두께의 변화는 있겠지만 일정시간 이후에는 두께 변화가 거의 없다는 것을 보아 PR의 두께에 가장 영향을 미치는 것은 2단계에서 의 스핀코터 rpm 이라는 사실을 확인 할 수 있었다.

스핀코터를 이용한 PR 도포 결과를 살펴보면 1단계의 rpm 과 공정 시간은 PR 의 두께 변화에 별다른 영향을 미치지 않았으나 샘플 표면 전체로의 균일한 도포 를 위해서는 500 rpm 정도를 유지하는 것이 가장 좋은 결과를 나타내었다. PR의 두께를 결정하는 2단계에서는 spin의 rpm 이 높을수록, 그리고 공정 시간이 길수 록 얇은 두께를 얻을 수 있었으나 rpm 이 6000~7000 rpm 사이에서는 rpm 보 다는 공정 시간에 영향을 더 받았다. 하지만 공정 시간이 60s 가 지나면 PR의 두 께는 더 이상 얇아지지 않았으며 일정 수준을 유지 하였다. 2단계에서는 60s에서 가장 얇은 두께를 얻을 수 있었다. 마지막 단계인 3단계는 PR 이 도포된 표면의 편평도에 영향을 미쳤다. 2단계에서 고속의 회전으로 인해 샘플의 중앙에서 멀어 질수록 두께가 두꺼워 지는데 마지막 3단계에서 1000 rpm으로 10s 이상 지속시 켜주면 PR의 편평도가 높아졌다.

PR의 rpm 에 따른 제원과 실제 실험을 통한 막의 두께 변화는 Fig 18에서 보 이는 것과 같이 약간의 차이는 존재 하였으며, 4000 rpm에서 1.2 µm 두께를 한계 치로 제공되어 nm 급의 PR 두께를 유지해야 하는 본 연구에서는 별도의 추가 실험 을 통하여 Fig. 18 (b) 와 같은 연구 결과를 확보 할 수 있었다.



Fig. 17 Experimental procedure: (a) sample cleaning process, (b) PR coating process, (c) nano-machining with micro-PCD tools



Fig. 18 PR thickness variation according to spin speed (rpm): (a) PR performance, (b) experimental performance



Fig. 19 Experimental conditions of the PR spin-coating process



Photo. 3 Picture of PR-Si wafer sample surface

#### 3-2 PR 시편 표면의 마이크로 패턴 가공 실험

실리콘 웨이퍼 위에 올려진 PR 표면의 가공 특성을 확인하기 위하여 자체 제작 한 초소형 PCD 공구를 장착한 AFM을 이용하여 PR에 기계적 방식의 직접적인 패 턴 가공을 수행하였다.

선행연구를 통해 PR의 두께가 700 mm 정도에서 PR의 완전한 제거가 가능하여 PR 시편의 PR 두께는 700 mm 로 준비하였다. Photo. 4는 700 nm 의 두께의 PR 표면을 가공한 결과를 보여주는 것으로 PR에 기계적인 가공을 한 결과를 1000배 율의 CCD카메라를 이용하여 확대한 이미지이다. 패턴의 길이는 40 µm 이며, 이미 지의 상단부에서 하단부로 가공을 실시하였다. 1.97 mN 의 힘에서 실리콘 웨이퍼 표면이 드러나기 시작하는 것을 육안으로 확인 할 수 있었으며 패턴의 하단부에 chip이 모인 것을 확인할 수 있었다.



Photo. 4 Depth variation of micro machined surface according to various normal loads of micro PCD tools. (a) CCD image of TNL process on sample surface (b) micro machining process using micro PCD tools

# 3-2-1 S-type의 초소형 PCD 공구를 이용한 PR의 기계 가공 특성

실리콘 웨이퍼 위에 올려진 PR 표면의 가공 특성을 확인하기 위하여 자체 제작 한 초소형 PCD 공구를 장착한 AFM을 이용하여 PR에 기계적 방식의 직접적인 패 턴 가공을 수행하였다. 선행 연구를 바탕으로 Fig. 20과 같이 초소형 PCD 공구의 인선 방향에 따른 PR의 표면 가공 패턴 형성 실험을 실시하였다.<sup>25)</sup> Fig. 20 (a) 의 경우 초소형 PCD 공구에 장착된 PCD 탐침의 인선을 이용하는 S-type 의 실 험 방법이며, (b)는 초소형 PCD 공구에 장착된 PCD 탐침의 면을 이용하는 F-type의 실험 방법을 보여준다.

두 가지의 다른 형식의 초소형 PCD 공구 중에서 먼저 S-type의 초소형 PCD 공구를 이용하여 PR의 기계적 방식의 직접적인 패턴 가공을 실험하였다.

S-type의 기계적 방식의 패턴 가공은 40 µm × 40 µm 의 면적에 5 µm/s 의 속 도로 단일 싱글 라인 패턴 가공을 수행 하였으며, 공구에 가해지는 수직력은 0.79 mN ~ 3.16 mN 으로 다양한 힘을 가하면서 실험을 수행하였다.

S-type의 초소형 PCD 공구를 이용한 패턴 가공 실험의 경우 90 ~ 750 m 의 깊이를 가지는 나노스케일의 패턴가공에 성공하였다. Fig. 21는 초소형 PCD 공구에 가해지는 수직력이 0.79 - 1.58 mN 으로 가해 질 때 5 µm/s 의 속도로 PR 표면을 가공 했을 때의 결과를 보여준다. 형성된 나노 패턴은 가공 경로를 따 라서 정밀한 패턴이 형성 된 것을 확인 할 수 있었다. 또한 나노 패턴의 깊이에 따 라 힐록의 높이가 일정하게 증가하는 것을 확인 할 수 있었으며, 패턴의 끝단에 약 간의 칩이 발생하였다.

그러나 초소형 PCD 공구에 가해지는 수직력이 증가 할수록 나노 패턴의 형상은 점점 더 불규칙해 졌으며, 패턴 깊이의 증가량에 비해 힐록의 높이 증가는 점점 감 소하는 것을 확인 할 수 있었다. 또한 수직력이 1.58 mN 이상일 때, 패턴의 넓이 와 깊이, 그리고 힐록의 넓이는 비교적 증가하였다.

S-type 공구에 가해지는 수직력이 2.37 mN 이상 일 때 Fig. 22과 같이 패턴 의 깊이와 폭, 그리고 힐록의 높이가 매우 급격하게 증가 하였으며, 이에 따라 PCD 공구와 PR 시편 사이의 접촉 면적 증가에 따른 마찰력의 증가로 인해 기계 적인 진동과 비슷한 불규칙한 모양의 패턴이 형성 되었다.



Fig. 20 Two different types of experiments: (a) S-type experiment using the sharp cutting edge of a micro-PCD tool, (b) F-type experiment using the front side of a micro-PCD tool



Fig. 21 AFM topographic image of a single line fabricated using micro-PCD tools: (a) under a normal load of 0.79 mN, (b) under a normal load of 1.58 mN



Fig. 22 AFM topographic image of a single line fabricated using micro-PCD tools: (a) under a normal load of 2.37 mN, (b) under a normal load of 3.16 mN

# 3-2-2 F-type의 초소형 PCD 공구를 이용한 PR의 기 계 가공 특성

두 가지의 다른 형식의 초소형 PCD 공구 중에서 PCD 공구에 장착된 탐침의 면 을 이용하여 가공하는 F-type의 초소형 PCD 공구를 이용하여 PR의 기계적 방식 의 직접적인 패턴 가공을 실험하였다.

F-type의 기계적 방식의 패턴 가공은 S-type의 방식과 가공 조건은 40 µm × 40 µm 의 면적에 5 µm/s 의 속도로 모두 동일하며, 역시 단일 싱글 라인 패턴 가 공을 수행 하였다. 공구에 가해지는 수직력 또한 S-type의 가공 방식과 동일하게 0.79 mN ~ 3.16 mN 으로 다양한 힘을 가하면서 실험을 수행하였다.

동일한 가공 조건에도 불구하고 F-type 방식의 기계적 가공은 S-type과는 전 혀 다른 결과를 보여 준다. Fig. 23과 같이 공구에 가해지는 수직력이 0.79 mN 에서 3.16 mN 까지 일정하게 증가 할 때 나노 패턴의 깊이의 중가는 초소형 PCD 공구에 가해지는 수직력에 따라 비례적으로 증가하는 것을 확인 할 수 있었지만, S-type의 실험 결과에 비교 했을 때 매우 작은 것을 알 수 있다. 게다가 공구에 가해지는 수직력의 증가와 관계없이 가공 방향을 따라 비교적 정밀하게 힐록이 형 성이 되었다. 전체적인 패턴 형상의 정밀도 부분에서 S-type의 실험결과보다 F-type의 패턴이 훨씬 정밀하게 형성이 된 것을 알 수 있었다. 차후 PR을 이용한 기계적 방식의 마이크로 몰드 또는 패턴을 제작함에 있어서 정밀도는 매우 중요한 요소이므로 정밀한 패턴을 만드는 것이 매우 중요하다고 할 수 있다. 실리콘 웨이 퍼 표면까지 가공을 하지는 못했으나, 이러한 문제는 정밀한 이송 제어를 통한 같 은 위치에서의 반복가공으로서 해결이 가능 할 것으로 보인다.



Fig. 23 AFM topographic image of a single line fabricated using F-type micro-PCD tools: (a) under a normal load of 0.79 mN, (b) under a normal load of 1.58 mN, (c) under a normal load of 2.37 mN, (d) under a normal load of 3.16 mN

#### 3-3 결과 및 고찰

본 연구를 통해 두 가지의 다른 형식의 초소형 PCD 공구를 이용하여 AFM 기 반의 마이크로 기계가공을 통해 PR 표면 가공 특성을 확인 할 수 있었다.

S-type의 초소형 PCD 공구를 이용한 마이크로 기계가공의 결과와 F-type 의 결과를 비교 해 보았을 때 Fig. 24에서 확인 할 수 있듯이 같은 수직력을 받더라 도 가공되는 나노 패턴의 깊이의 차이는 매우 크게 나타났다. Fig. 24를 살펴보면 F-type의 경우 수직력이 증가함에 따라 접촉 면적의 증가로 인해 결국 가공 방향 에 대한 반발력이 증가하고 이러한 반발력에 비례하여 패턴의 깊이가 증가한다. S-type의 경우 마이크로 PCD 탐침의 날카로운 인선을 이용하여 패턴의 형상은 수직력이 증가할수록 불규칙해지지만 깊이는 F-type에 비해 크게 증가한다.

이는 동일한 가공 조건에서 가공이 이루어 질 때 초소형 PCD 공구의 탐침의 절 삭 방향에 의해 나노 패턴의 결과물이 결정된다는 것을 보여준다.

본 연구의 결과를 통해 PR 표면의 기계적 방식의 직접적 가공 시 공구의 인선 방향과 수직력을 중요 매개변수로 놓고, 나노 스테이지의 성능이 패턴의 정밀도에 매우 큰 영향을 준다는 것을 고려해야 하는 것을 확인 할 수 있었다.



Fig. 24 Depth variation of a micro-machined surface according to normal force for S-type and F-type micro-PCD tools

## 제 4 장 Cu의 표면 가공 특성

# 4-1 Cu 증착을 위한 Cu의 가공 특성 실험 4-1-1 Cu plate의 ECP를 이용한 표면 가공

본 연구에서 수행한 현재까지의 연구결과에 의하면 자체 제작한 초소형 PCD 공구를 이용하여 PR을 가공하여 패턴을 형성할 수 있었다. 초소형 PCD 공구는 기계적 가공 을 위한 충분한 강성과 PCD 탐침을 적용한 우수한 내구성이 확인 되어 기존의 연구 그룹에서 공구의 강성 및 내구성 문제로 인해 진행하지 못한 금속 계열의 마이크로-나노 미세 가공을 시도해 보고자 한다.

금속 (Cu) 를 시편으로 프로세스를 진행하기 위해서는 먼저 Cu의 마이크로-나노 영역에서의 가공성 확인을 위한 기초 실험 선행이 요구 되었다. 실리콘 웨이퍼와 다른 mm 급의 표면 거칠기를 가지는 Cu계열의 표면을 AFM으로 접근이 가능한 최소한의 표 면 거칠기를 가지기 위해 Cu plate 의 ECP (Electro-Chemical Polishing) 를 적용 하여 표면처리를 통한 샘플을 준비하기로 하였다.<sup>26-29)</sup>

Fig. 25와 같이 ECP는 환원 극에서는 산소가스가 발생하고, 산화 극에서는 다량의 수소가스가 발생하는 과정에서 산화·환원 반응을 이용하여 표면의 요철들을 제거함으 로 써 경면화 시켜주는 전기화학가공법이다. 전기화학가공법에서 사용된 전해액은 인 산(Phosphoric acid)과 증류수(Distilled water)을 혼합하여 사용하였다. ECP를 이용한 표면처리 실험은 전해액(Electrolye) 속에 잠긴 공작물은 Cu plate로써 10 mm × 100 mm 의 시험편을 사용하였다. 그리고 공작물의 맞은편에 20 mm × 100 mm 크 기의 Cu plate를 위치 시켜 전극으로 사용하였다.

Table 2 는 ECP의 인가된 pulse의 조건을 보여준다. 기본 125 Hz 부터 시작하 여 100 Hz 씩 증가시켰으며, 최고 825 Hz 까지 실험을 실시하여 시험편을 제작하 였다. Fig. 26는 125 Hz 의 pulse를 인가하여 ECP를 수행한 Cu plate의 표면을 광학현미경을 이용하여 관찰한 이미지 이다. 5 mm × 5 mm 의 면적에 대해 ECP를 수행하였으며 (a)는 12.4배로 확대한 결과를 보여주며 (b)는 20배로 확대한 결과 이다. (c)는 AFM을 이용하여 극소면적에 대해 표면을 관찰한 결과이다.

ECP의 결과를 가장 쉽게 보여주는 Fig. 26 (a)는 가공전의 Cu plate의 표면과 가공후의 표면을 같이 볼 수 있다. 여기에서 보이는 가공 전의 Cu의 표면은 작은

배율로 확대하였음에도 불구하고 매우 표면이 거칠다는 것을 확인 할 수 있다. Fig. 26 (b)를 보면 ECP 가공 후의 표면이 Fig. 26 (a)의 가공 전의 부분과 비교 해 보았을 때 얼마나 큰 효과를 보았는지 쉽게 알 수 있다. 그러나 Fig. 26 (c)에 서 보이는 바와 같이 AFM으로 측정한 극소 면적의 표면은 실리콘 웨이퍼의 표면 처럼 매우 매끄러운 상태가 아님을 보여준다.

광학현미경상으로 확인해 보았을 때 125 Hz 로 ECP를 수행한 결과가 가장 좋 게 확인이 되었으나 Fig. 27 (c)의 AFM 이미지에서 확인 할 수 있듯이 AFM을 이용하여 국소 표면에 대해 측정을 해본 결과 525 Hz 에서 가장 좋은 표면을 얻을 수 있었다. 펄스를 적용한 ECP를 통하여 AFM 기반의 마이크로-나노 스케일의 기계적 가공이 가능할 정도의 Cu 표면을 확보 할 수 있었다. 확보한 경면의 Cu를 이용하여 Cu 가공의 기초 실험을 실시하였다.



Fig. 25 Principle of electrochemical process

Frequency (Hz)	Ampere (A)	Voltage (V)	Time (s)	Duty (%)	Pulse time (ms)	Pause time (ms)
125	0.5	8	300	50	4	4
225	0.5	8	300	50	2.2	2.2
325	0.5	8	300	50	1.5	1.5
425	0.5	8	300	50	1.2	1.2
525	0.5	8	300	50	0.95	0.95
625	0.5	8	300	50	0.8	0.8
725	0.5	8	300	50	0.7	0.7
825	0.5	8	300	50	0.6	0.6

Table 2 Pulse condition of electrochemical process



Fig. 26 Optical microscope image of Cu surface using ECP(125 Hz ) (a) x13.4 (b) x20 (c) AFM topography image



Fig. 27 Optical microscope image of Cu surface using ECP(525Hz) (a) x13.4 (b) x20 (c) AFM image

#### 4-1-2 ECP를 이용한 Cu plate의 표면 가공

일반적인 Cu plate의 표면은 미세패터닝을 하기에는 AFM을 이용한 측정 및 기 계 가공이 불가능 할 만큼 표면 거칠기가 매우 거친 표면을 가지고 있다. 따라서 Cu plate 표면에의 마이크로-나노 패턴 가공을 하기 위해서는 Fig. 28과 같은 과 정을 거쳐야 한다.

Fig. 28에서 보는 것과 같이 ECP를 이용하여 표면 처리된 Cu plate는 PCD 공 구를 이용하여 마이크로-나노 패턴 형성 가공을 할 수 있다. 이때 Cu plate의 PECP 조건은 Fig. 29과 같이 225 Hz, 0.5 A, 8 V, Duty factor 50 %, Pulse Time 2.2 ms, Pause Time 2.2 ms의 조건에서 300s 동안 가공한 후 얻어진 표 면 위에 마이크로-나노 패턴 가공을 수행하였다.

패턴가공 수행 시 Fig. 30과 같이 PCD 공구를 이용하여 Cu plate의 기계 가공 특성을 알아보기 위해 0.79mN에서부터 3.16mN까지 점진적으로 힘을 늘려가면서 실험을 수행하였다.

Fig. 30에서 보는 것과 같이 다양한 힘을 이용한 마이크로-나노 패턴 가공을 수행하기 전에 가공 영역을 쉽게 확인 할 수 있도록 사각형 모양의 패턴을 형성하 였다. 그 후 0.79 mN 부터 점진적으로 힘을 증가시켜서 3.16 mN 까지 마이크로 -나노 패턴 가공을 수행하였다. 0.79 mN 의 힘을 이용하여 패턴 가공을 수행 시 기존에 생성하였던 사각형 모양의 패턴과 일부 중복이 되었으나 Cu plate의 특성 을 파악하기에는 충분한 결과를 보여주었다.

초소형 PCD 공구에 가해지는 수직력이 0.79 mN 일 때 패턴의 깊이는 240 m 이며 폭은 2.2 µm 로 매우 크게 나타났다. 1.52 mN 의 힘으로 가공한 패턴의 깊이는 480 nm, 폭은 2.5 µm 로 깊이에 비교 했을 때 폭이 매우 크게 나타나는 현상을 보였다. 2.76 mN 의 힘으로 가공한 패턴의 경우 깊이는 520 nm 이며 폭은 2.2 µm 로 매우 크게 나타났다. 3.16 mN 의 힘으로 패턴을 가공한 것은 깊이는 600 nm, 폭은 2.5 µm 로 깊이에 비교 했을 때 폭이 매우 크게 나타나는 현상을 보였다.

Cu plate에 생성된 패턴은 전체적으로 깊이에 비교했을 때 매우 큰 폭을 가졌으며, 칩의 발생 또한 매우 많이 발생한 것을 알 수 있었다.



Fig. 28 Experimental of micro mold fabrication process using ECP and PCD tools



Fig. 29 AFM topographical image of Cu surface using ECP (225Hz, 0.5A, 8V, Duty factor 50%, Pulse Time 2.2ms, Pause Time 2.2ms, 300sec)



Fig. 30 AFM topography of a Cu plate micro machined surface for various normal loads applied to the micro-PCD tool

#### 4-2 중착된 Cu 시편 표면 가공 특성 실험

#### 4-2-1 힘의 변화에 따른 증착된 Cu의 표면 가공

ECP 처리된 Cu plate 표면 가공을 통해 AFM 기반 초소형 PCD 공구를 이용한 표면 가공을 통해 Cu의 경우 3.16 mN 의 수직력이 가해 질 때 최대 600 nm 의 깊이를 가지는 나노 패턴이 형성되는 것을 확인하였다.

그러나 Cu plate 의 경우 매 실험마다 ECP 처리를 해야 하는 불편함과 Cu 결 정의 경계선으로 인해 가공 영역의 제약을 받는다는 문제점이 발생하였다. 이러한 문제점을 해결하기 위해 스퍼터링을 통한 실리콘 웨이퍼 표면에 Cu-powder를 증 착함으로서 높은 수준의 경면을 가지는 샘플을 제작하고자 하였다.

본 연구를 통해 Cu plate 의 경우 초소형 PCD 공구의 높은 가공성을 활용하여 최대 600 mm 의 깊이를 가지는 패턴을 형성할 수 있었다. 따라서 실리콘 웨이퍼 위의 증착될 Cu의 두께를 400 mm 로 설계하여 Cu를 증착하였다.

먼저 증착된 Cu의 표면에 20 µm/s 의 가공속도로 20 µm × 20 µm 의 영역에서 0.79 mN 에서부터 3.16mN의 힘까지 점진적으로 증가시켜 가공하였다.

증착된 Cu의 마이크로-나노 패턴 가공 결과 380 mm 의 깊이를 가지는 패턴에 서부터 최대 440 nm 의 깊이를 가지는 패턴이 형성 되었다. Fig. 31는 400 nm 의 두께로 구리를 증착한 웨이퍼 표면에 0.79 mN 의 힘으로 기계 가공을 수행한 결 과를 보여준다. Fig. 30에서 보여준 결과와는 달리 패턴의 깊이는 380 nm 로 더욱 깊은 패턴을 형성하였으며, 다량의 칩이 발생되는 것을 확인 할 수 있었다. 또한 패턴의 폭 역시 상대적으로 매우 작은 것을 확인 할 수 있었다. Fig. 32 (a)는 Fig. 31의 결과를 SEM을 이용하여 측정한 결과이다. 기계 가공의 진행 방향에 연 속된 형태의 칩을 확인 할 수 있다. Fig. 33은 3.16 mN 의 힘으로 기계가공을 수 행한 것으로 440 nm 의 깊이와 2.2 µm 의 폭을 가지는 패턴을 형성한 것을 확인 할 수 있었다. Fig. 32 (b) 는 Fig. 33의 패턴을 SEM을 이용하여 측정한 이미지 로 400 nm 두께의 증착된 Cu의 완전한 제거가 이루어지면서 실리콘 웨이퍼 표면 또한 초소형 PCD 공구에 의해 가공이 된 것을 확인 할 수 있다.

Fig. 34은 Cu plate 와 증착된 Cu 의 힘의 변화에 따른 패턴의 깊이 변화를 보

여주는 그래프이다. Cu plate 의 경우 힘이 증가 할수록 패턴의 깊이가 점점 깊어 지는 경향을 보이고 있으나, 패턴이 600 nm 의 깊이를 넘어서게 되면 초소형 PCD 공구와 물질간의 접촉 면적이 급격하게 증가하게 되어 패턴의 깊이 증가율이 급속 이 감소한다.

증착된 Cu의 경우 매우 작은 힘으로도 Cu plate 에 비해 매우 깊은 패턴을 형 성 할 수 있었으나 증착된 Cu와 실리콘 웨이퍼 표면의 경계면인 깊이 400 mm 부 근에서는 패턴 깊이의 증가율이 감소하였다. 그 후 실리콘 웨이퍼 표면층이 파괴 된 이후 다시 패턴 깊이의 증가율이 급속히 증가하는 경향을 보이나 AFM의 한계 로 인해 더 이상의 힘의 증가를 통한 패턴 깊이의 영향에 대해서 확인 해 볼 수 없었다.



Fig. 31 AFM topographical image of the line fabricated using a micro-PCD tool on Cu powder deposited on a Si wafer for a normal load of 0.79 mN



Fig. 32 SEM image of line the fabricated using a micro-PCD tool on Cu powder deposited on a Si wafer for (a) a normal load of 0.79 mN and (b) a normal load of 3.16 mN



Fig. 33 AFM topographical image of the line fabricated using a micro-PCD tool on Cu powder deposited on a Si wafer for a normal load of 3.16 mN



Fig. 34 Depth variation of a micro-machined surface according to normal force

#### 4-2-2 가공 Pitch의 변화에 따른 증착된 Cu의 표면 가공

본 연구를 통해 초소형 PCD 공구의 수직력이 증가할 때 증착된 Cu의 경우 Cu plate에 비해 적은 힘으로도 깊고 매우 정교한 형상의 패턴이 생성됨을 확인 할 수 있었다. 그러나 싱글 라인 형태의 패턴의 경우 증착된 Cu와 실리콘 웨이퍼 표면의 경계 부분에서의 반력의 증가로 인해 패턴의 깊이가 400 nm 이상의 영역에서는 오 히려 Cu plate에 비해 낮게 형성이 되었다.

따라서 본 연구에서는 가공 피치를 조절하여 가공 피치에 따른 가공성을 확인 하고 좀 더 높은 수준의 깊이를 가지는 증착된 구리의 패턴을 형성해 보고자 한다.

먼저 증착된 Cu의 표면에 20 µm/s 의 가공속도로 20 µm × 20 µm 의 영역에서 3.16mN의 힘을 주었다. 가공 변수로 가공 pitch를 50 nm 에서부터 점진적으로 증가시켜 200 nm 까지 변화시켜 실험을 실시하였다.

지정한 영역에서의 패턴의 크기대로 정확하게 가공이 되었으며, 최고 700 m 의 깊이를 가지는 패턴이 형성 되었다.

Fig. 35 는 초소형 PCD 공구에 전해지는 힘이 3.16 mN 으로 일정 할 때 가공 pitch 가 50 mm 일 때의 결과이다. 패턴의 깊이는 420 mm 에서부터 460 mm 의 범 위 내에서 다양하게 나타났다. 패턴의 폭은 5 µm 로 정확한 크기로의 가공이 완성 되었다. 증착된 Cu 층의 두께가 400 nm 이므로, 증착된 Cu 의 완전한 제거가공이 이루어 졌으며, 패턴에 일부 Cu 칩이 발견 되었다.

이는 Fig. 36 (a) 의 SEM 이미지 측정 및 EDS의 표면 성분 측정 결과 실리 콘 성분 99.38 % 검출을 통해 증착된 Cu가 완전히 제거 되었다는 것을 증명하였 다. Fig. 37는 가공 pitch가 200 mm 일 때 의 가공 결과를 보여준다. 패턴의 깊이 가 510 nm 에서부터 700 nm 까지 측정 되었다. 패턴의 폭은 7 µm 로 지정했던 5 µm 보다 + 2 µm 의 오차가 발생하였다. Fig. 36 (b) 의 SEM 및 EDS 측정 결과 를 통해 200 nm 의 가공 pitch에서도 완벽하게 증착된 Cu 의 제거가공이 이루어 졌음을 확인 할 수 있었다.

Fig. 38 는 가공 pitch에 따른 패턴의 깊이와 패턴 표면의 표면 거칠기의 변화 를 보여주는 그래프이다. 가공 pitch가 클수록 한번의 가공을 통해 제거되는 증착 된 Cu의 양이 많아져 패턴의 깊이와 표면 거칠기 모두 증가 한다는 것을 확인 할 수 있다.



Fig. 35 AFM topographical image of the line fabricated using a micro-PCD tool on Cu powder deposited on a Si wafer for a pitch of 50 nm



Fig. 36 SEM images and EDS results of the line fabricated using a micro-PCD tool on Cu powder deposited on a Si wafer for a pitch of (a) 50 nm and (b) 200 nm



Fig. 37 AFM topographical image of the line fabricated using a micro-PCD tool on Cu powder deposited on a Si wafer for a pitch of 200 nm



Fig. 38 Variation and surface roughness of a micro-machined surface according to pitch

#### 4-3 결과 및 고찰

기존의 Cu plate를 이용한 Cu의 기계적 가공 특성을 확인해본 결과 PECP 공정 을 통한 가공 전 표면처리를 통해 획기적인 표면 평탄화를 이루어 내었으나, 나노 -마이크로 단위의 패턴 제작에 있어서 Cu 표면의 굴곡에 의한 일정한 패턴 깊이 를 이루어내기가 쉽지 않다는 문제점이 발견되었다. PECP 공정의 특성상 산화· 환원 반응을 이용하여 표면의 미세한 요철을 제거 할 뿐 표면 전체의 큰 굴곡은 해결 할 수 없는 태생적 한계에 부딪쳤기 때문이다. 이러한 문제점 해결을 위해 스 퍼터 장비를 이용하여 실리콘 웨이퍼 표면에의 Cu 증착을 통해 일정한 깊이의 패 턴 가공이 가능하게 하였다.

또한 400 mm 두께의 증착된 Cu 의 완벽한 제거를 통해 전도체 영역과 비전도체 영역의 확실한 구분이 가능해져 이를 통해 중·대면적의 마이크로-나노 가공의 해 법으로 떠오르고 있는 전기화학적 나노임프린팅의 전극으로서의 적용 가능성을 확 인 할 수 있었다.



Fig. 39 AFM image of Chosun Uni. UI fabricated using a micro-PCD tool on Cu powder deposited on a Si wafer for a pitch of 200 nm

## 제 5 장 결 론

본 연구에서는 TNL을 기반으로 자체 개발한 초소형 PCD 공구를 통해 기계적인 방법을 이용하여 기존의 마이크로-나노 단위의 제작 공정에서 사용되는 유연한 폴 리계열의 재질뿐만 아니라 전도성 높은 고체에 나노 단위 (nano-scale) 의 미세 패터닝 (Micro patterning) 을 수행, 마이크로-나노 스케일의 기계적 방식의 직접 적인 가공에 대해 고찰하였다. 기존의 복잡한 공정을 요구하는 유연한 재질을 이용 하는 포토리소그래피 공정을 대체할 수 있는 새로운 기계적 방식의 마이크로-나노 가공 실험을 행하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

- AFM 기반의 초소형 PCD 공구를 적용한 폴리계열의 직접적 방식의 기계적 가 공은 공구의 인선방향에 따라 전혀 다른 특성을 가지는 형태의 나노 패턴을 형 성 하였다. 포토리소그래피 공정에 비해 매우 정밀한 패턴을 가공 할 수 있었으 나, 중·대면적의 가공이 힘들다는 단점을 확인하였다.
- 2. 초소형 PCD 공구의 높은 강성과 내구성으로 인해 Cu plate의 마이크로-나노 패턴 가공에 성공하였다. 기존의 금속계열의 직접적인 나노 스케일의 가공은 매 우 힘들었으나, 자체 제작한 초소형 PCD 공구로 인해 매우 쉽게 가공 할 수 있 었다. 그러나 기존의 Cu plate 표면에의 나노 스케일의 패턴을 가공하기 위해서 는 AFM으로 접근 가능한 표면 거칠기가 요구되어 PECP 라는 추가적인 공정 이 요구되어 금속 계열의 나노 스케일의 기계적 가공에 대해 새로운 접근이 요 구되었다.
- 실리콘 웨이퍼 표면에 Cu를 증착을 통한 샘플을 제작 하였다. 기존의 실리콘 웨이퍼 수준의 높은 표면 거칠기를 가지며, 표면의 높이가 일정하게 유지되어 PECP를 통한 표면 처리된 Cu plate의 단점으로 지적된 표면의 굴곡으로 인한 일정한 깊이를 가지는 패턴 가공의 제약을 해결 할 수 있었다.

- 4. Cu 표면에 직접적인 가공을 수행함으로써 나노 스케일의 패턴을 가지는 전극으 로의 적용이 가능하게 되었다. Cu의 전도성과 실리콘 웨이퍼의 비전도성의 특 성을 이용하여 패턴을 설계/가공을 통해 기존의 나노 스케일의 전극을 제작하기 위한 복잡한 공정과 높은 비용을 대체 할 수 있는 새로운 방식의 접근임을 확 인 할 수 있었다.
- 5. Cu를 이용한 기계적 방식의 나노-마이크로 스케일의 패턴 제작 공정 확립을 통한 기존의 임프린팅 공정 시 요구되는 포토 리소그래피 방식의 전극 제작 방식에 비해 비용 및 효율을 획기적으로 향상시킬 수 있음을 확인할 수 있었다. 이렇게 제작된 Cu micro mold를 이용하여 나노 스케일의 DC 펄스를 적용한 전기화학적 임프린 팅 공정을 제시 할 수 있었다.

기초 수준의 펄스 전기화학 임프린팅 수행 결과 일정한 전기적 조건에서 250nm 깊이 의 Cu의 전사가 수행되었으며, 임프린팅 수행 전의 표면 거칠기에 비해 표면 거칠기 향상이 이루어 졌음을 확인 할 수 있었다. 이를 통해 기존의 기계적 방식을 통한 나노 스케일의 중·대면적 가공에 대한 해결책이 될 수 있는 가공성을 확인 하였다.



Fig. 40 AFM topographical image of electrochemical imprinting using DC pulses

### 참 고 문 헌

- Pantleon, K. and Somers, M. A.J., "Microstructure and Texture of Free-Standing Cu-Line Patterns," J. Electron. Mater., Vol. 33, No. 11, pp. 1363-1372, 2004
- Kolb, D. M., Ullmann, R. and Will, T., "Nanofabrication of Small Copper Clusters on Gold (111) Electrodes by a Scanning Tunneling Microscope," Science, Vol. 275, pp. 1097-1099, 1997.
- Dagata, J. A., "Device Fabrication by Scanned Probe Oxidation," Science, Vol. 270, pp. 1625-1626, 1995.
- Lee, J. M. and Park, J. W., "Inter Electrode Gap in Pulse Electrochemical Process for Local Oxidation of (100) Si Wafer," Adv. Sci. Lett., Vol. 13, No. 1, pp. 62-65, 2012.
- Piner, R. D., Zhu, J., Xu, F., Hong, S. and Mirkin, C. A., "Dip-pen Nanolithography,"Science, Vol. 283, pp. 661-663, 1999.
- Ashida, K., Morita, N. and Yoshida, Y., "Study on Nano-Machining Process Using Mechanism of a Friction Force Microscope," JSME Int. J., Vol. 44, No. 1, pp. 244-253, 2001.
- Steckl, A. J., Mogul, H. C. and Morgen, S., "Localized Fabrication of Silicon Nanostructures by Focused Ion Beam," Appl. Phys. Lett., Vol. 60, No. 15, pp. 1833-1835, 1992.
- Yavas, O., Ochiai, C., Takai, M., Hosono, A. and Okuda S., "Maskless Fabrication of Field-Emitter Array by Focused Ion and Electron Beam," Appl. Phys. Lett., Vol. 76, No. 22, pp. 3319-3321, 2000.
- Kan, J. A., Bettiol, A. A. and Watt F., "Three-Dimensional Nanolithography using Proton Beam Writing," Appl. Phys. Lett., Vol. 83, No. 8, pp. 1629-1631, 2003.
- Austin, M. D. and Chou, S. Y., "Fabrication of 5 nm Linewidth and 14 nm Pitch Features by Nanoimprint Lithography," Appl. Phys. Lett., Vol. 84, No. 26, pp. 5299-5301, 2003.

- Wilder, K. and Quate, C. F., "Noncontact Nanolithography Using Atomic Force Microscope," Appl. Phys. Lett., Vol. 73, No. 17, pp. 2527-2529, 1998.
- Dai, H., Hafner, J. H., Rinzler, A. G., Colbert, D. T. and Smalley, R. E., "Nanotubes as Nanoprobes in Scanning Probe Microscopy," Nature, Vol. 384, pp. 147-150, 1996.
- Snow, E. S. and Campbell, P. M., "AFM fabrication of Sub-10-Nanometer Metal-Oxide Devices with in-Situ Control of Electrical Properties," Science, Vol. 270, pp. 1639-1641, 1995.
- Snow, E. S., Jernigan, G. G. and Campbell, P. M., "The Kinetics and Mechanism of Scanned Probe Oxidation of Si," Appl. Phys. Lett. Vol. 76, No. 13, pp. 1782-1784, 2000.
- 15. Abadal, G., Perez-Murano, F., Barniol, N. and Aymerich, X., "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, 1998.
- 16. Chien, F. S.-S., Chang, J.-W., Lin, S.-W., Chou, Y.-C., Chen, T. T., Gwo, S., Chao, T.-S. and Hsieh, W.-F., "Nanometer-Scale Conversion of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> to SiO<sub>x</sub>," Appl. Phys. Lett., Vol. 76, No. 3, pp. 360-362, 2000.
- Klauser, R., Hong, I.-H., Su, H.-J., Chen, T. T., Gwo, S., Wang, S.-C., Chuang, T. J. and Gritsenko, V. A., "Oxidation States in Scanning-Probe-Induced Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> to SiO<sub>x</sub> Conversion Studied by Scanning Photoemission Microscopy," Appl. Phys. Lett., Vol. 79, No. 19, pp. 3143-3145, 2001.
- Davis, Z. J., Abadal, G., Hansen, O., Borise, X., Barniol, N., Perez-Murano, F. and Boisen, A., "AFM Lithography of Aluminum for Fabrication of Nanomechanical Systems," Ultramicroscopy, Vol. 97, pp. 467-472, 2003.
- Klehn, B. and Kunze, U., "SiO<sub>2</sub> and Si Nanoscale Patterning with an Atomic Force Microscope," Superlatt. Microstruc., Vol. 23, pp. 441-

444, 1998.

- 20. Park, J. W., Kawasegi, N., Morita, N., and Lee, D. W., "Tribo-Nanolithography of Silicon in Aqueous Solution based on Atomic Force Microscope," Appl. Phys. Lett., Vol. 85, No. 10, pp. 1766-1768, 2004.
- 21. Park, J. W., Kawasegi, N., Morita, N., and Lee, D. W., "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, 2004.
- 22. Park, J. W., Lee, D. W., Kawasegi, N., and Morita, N., "Nanoscale Fabrication in Aqueous Solution using Tribo-Nanolithography," J. of the KSPE, Vol. 22, No. 2, pp. 194~201, 2005.
- 23. 박정우·이득우, "AFM 기반 Tribo-Nanolithography를 위한 초미세 다이아 몬드 팁 켄틸레버의 제작," 한국정밀공학회지, Vol. 23, No. 8, pp. 39-46, 2006.
- Kawasegi, N., Takano, N., Oka, D., Morita, N., Yamada, S., Kanda, K., Takano, S., Obata, T. and Asida, K., "Nanomachining of Silicon Surface Using Atomic Force Microscope with Diamond Tip," J. Manuf. Sci. Eng., Vo. 128, No. 3, pp. 723-729, 2006.
- Kim, S. H and Park, J. W., "AFM Based Mechano-Chemical Hybrid Surface Modification Process on PR-Coated Silicon Wafer," Vol. 13, No. 1, pp. 193-198, 2012.
- 26. Park, J. W., Lee, E. S. and Moon, Y. H., "A Study on the Electrochemical Micro-machining for fabrication of Micro Grooves," J. of the KSPE, Vol. 19, No. 4, pp. 101–108, 2002.
- Park, J. W. and Lee, D. W., "Pulse Electrochemical Polishing for Microrecesses Based on a Coulostatc Analysis," Int. J. Adv. Manuf. Technol., Vol. 40, No. 7-8, pp. 742-748, 2009.
- Kim, Y. B and Park, J. W., "Corrosion Rate Evaluation of Pulse Electrochemical Polishing for Stainless Steel," Adv. Sci. Lett., Vol. 14, No. 1, pp. 227-230, 2012.

29. Schuster, R. and Kirchner, V., "Electrochemical Micro machining," Science, Vol. 289, pp. 98-101, 2000.