

전기영동법에 의해 제작된 폴리이미드 박막의 습도특성 II

조동현*, 한상옥*, 박강식**, 정승용***, 박찬흠***, 박귀만***, 김종석***

*충남대학교, **충남전문대학, ***대전산업대학교

The Characteristics of Polyimide Humidity Sensor Fabricated by Electrophoretic Deposition

D.H. Cho*, S.O. Han*, K.S. Park**, S.Y. Jeong***, C.H. Park***

G.M. Park***, J.S. Kim***

* ChungNam National Univ., **ChungNam Junior College,

***TaeJon National Univ. of Tech.

ABSTRACT

To develop more sensitive humidity sensor on high temperature region, in this paper, we prepared polyimide humidity sensor by electrophoretic method. Sensing properties of the sensor in high temperature region were studied and compared with that prepared by solution casting method.

From the result, the thinner film thickness, the more sensitive. however, It is difficult to make the thickness optimal because of short between electrodes, and the thickness of upper electrode is one of most important parameters affecting pefomance of the sensor.

1. 서 론

최근의 강제적인 여건에 의해 냉난방용품을 비롯한 각종 가정용 기기류들도 온도뿐만 아니라 습도의 조절기능이 요구되고 있다. 또한 일상생활 뿐만 아니라 제지 공업, 전자공업, 식품공업, 섬유공업, 그리고 농업에 이르는 전산업 분야에서 생산관리 및 품질향상을 위하여 습도제어의 필요성은 증대되고 있다.

일반적으로 습도센서는 감습재료에 따라 염화리튬으로 대표되는 전해질계, Sc, Ge, Si 등의 금속산화물 (세라믹스)계, 유기고분자 재료의 친수성 및 팽윤성을 이용한 유기재료계 등으로 구분한다. 초기에는 세라믹스계의 센서가 많이 사용되

었으나, 최근에는 고분자박막을 이용한 습도센서의 연구개발에 관심이 집중되고 있다.¹⁾ 이것은 세라믹스계열의 감습막은 반복 측정으로 인한 경시변화를 일으키므로 주기적인 소자 가열 과정을 거쳐야 하는 번거로움이 있고, 재료자체의 성질뿐만 아니라 기공의 분포나 기공율의 미시적인 구조에 따라 감도나 응답속도 등의 센서특성이 좌우되어 소자간 오차의 제거에 어려움이 있다. 반면 고분자막은 재료자체의 흡습성을 이용하고 있어 비교적 센서특성의 재현성을 얻기 쉬운 장점이 있다. 그러나 고분자 감습막은 내열성 좋지 않기 때문에 고온의 장소에는 사용이 불가능하다. 이런 장단점들을 고려해 볼 때 내열성이 우수하고 화학적으로 안정하여 높은 온도에서도 사용이 가능한 폴리이미드(Polyimide)는 약친수성인 카르보닐기(-C=O-)를 분자구조내에 갖고 있어서 습도변화에 대한 센싱감도가 우수한 감습막을 제작하기에 적당할 것으로 기대된다.²⁾ 따라서 본 논문에서는 전기영동법으로 폴리이미드 박막을 제작한 후 감습 영향을 분석하고 히스테리시스특성을 평가하고자 한다.

2. 시편의 제작 및 측정

2.1 예밀전 제작

본 실험에서 사용한 고분자 수지는 듀폰사에서 생산된 시료로 상품명인 Pyre ML RC-5057인 시료 10g과 용매(NMP) 62g 을 섞은 뒤 교반기로 40℃에서 4시간 동안 교반하여 희박용액을

제작하였다. 또한 침전제인 아세톤(aceton; CH_3COOH_3)을 150 mg 와 계면활성제인 TEA(tri-ethyl amine; $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{N}$)을 0.4g 섞어 40℃에서 4시간 동안 교반기로 교반하여 혼합했다. 그리고, 미리 만들어 놓은 기능성 그룹을 함유하고 있는 폴리아믹산 희박용액을 교반하면서 뒤에서 만든 혼합용액을 서서히 혼합하면서 40℃에서 4시간동안 교반하였다.

2.2 시편제작

시편의 제조공정도를 그림 1에 나타냈다. 전기영동법에 의해 원하는 전극기판에 고분자막을 형성시키기 위하여 에멀전을 75 × 75 × 95mm의 비이커에 담고 50 × 45 × 0.37mm인 구리(Cu)판을 - 전극에 미리 전극을 증착한 기판 + 극에 설치하였다. 이때 비이커에 잠긴 기판의 깊이는 25mm이고, 면적은 1125mm²이다.

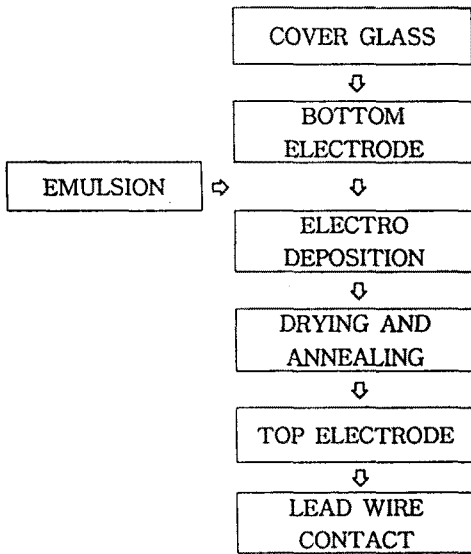


그림 1 폴리이미드 습도센서의 제조공정도
Fig. 1 Blockdiagram of fabrication
Process of polyimide humidity sensor

+극과 - 극간 간격은 25mm 로 하였다. 전극은 COVER GLASS (40 × 22mm)에 전면을 알루미늄으로 진공증착 하였다. 우선 전착시킬 기판을 전기영동 장치의 + 전극에 전극 홀더를 이용하

여 고정시킨 후 에멀전 용액중에 설치한 후 DC 정전압 전원장치를 이용하여 직류전압을 인가하였다. 전극 사이에 인가한 전계는 0.7 V/mm이고, 영동시간은 40s 이다. 전착 후 전원을 OFF시킨 다음 전착장치를 에멀전으로 부터 꺼낸후 기판을 홀더에서 분리시킨다.

전착직후의 기판을 전기오븐을 이용하여 70℃의 온도에서 2시간 동안 건조시켰다. 건조가 끝난 시료는 이미드화시키기 위하여 전기로를 이용하여 상온상태에서 열처리 온도까지 상승시간과 하강시간을 1[℃/min]로 하여 300℃의 고온에서 4시간동안 열처리 하였다. 열처리가 끝난 시료는 미리 제작해 놓은 상부전극 패턴을 이용하여 빗 형태로 알루미늄전극을 증착하였으며, 제작된 습도센서의 구조를 그림 2에 나타냈다.

습도측정을 하기 위해 사용된 리드선은 지름이 0.3mm이고 전극과 리드선 부착은 실버페이스트를 이용하였다. 습도측정 장치로 항온항습기(Dong IL industrial co.)를 사용하였다.



그림 2 습도센서의 구조
Fig. 2 structure of humidity sensor

3. 결과 및 고찰

3.1 히스테리시스 특성

수분 흡착시 수분이 우선적으로 수소 결합자리에 이끌려 화학흡착이 이루어지며 결합된 후 상대습도가 점점 증가함에 따라 물리흡착으로 진전되며 수분의 양이 증가된다. 탈착시 물리흡착에 의해 약하게 결합된 수분만이 떨어져 나가고 상대습도가 점점 감소해짐에 따라 화학흡착에 의해 결합된 수분도 탈착되어 간다. 이런 일련의 과정에서 일정 상대습도에 대하여 흡착과정과 탈착과정시의 캐패시턴스 측정치의 차이가 나는데 이를

히스테리시스라 한다. 이 히스테리시스는 어느 일정한 상대습도 분위기에서 안정된 캐패시턴스 측정값을 나타낼때 측정하여야 하므로 상대습도를 변화시킨 후 오차가 $\pm 1\%$ 로 안정이 되었을 때, 측정값을 기록하였다.

그림 3 은 습도를 상승시킬때와 하강시킬때의 히스테리시스 특성을 나타낸 것이다. 전착조건이 0.7 V/mm 40S 동안 전착후 300 °C 에서 열처리하고 상부전극 두께를 830 Å 인 시편에 대해 항온항습기의 챔버의 온도를 80°C 로 유지하고, 상대습도를 30 → 90 → 30 %RH 로 변화시켜가며 캐패시턴스를 측정한 후 나타낸 것이다. 이 히스테리시스 곡선에서 40 %RH, 80 %RH 로 설정된 조건하에서 흡·탈착시의 히스테리시스 오차는 각각 1.28%, 2.35% 를 나타내었다.

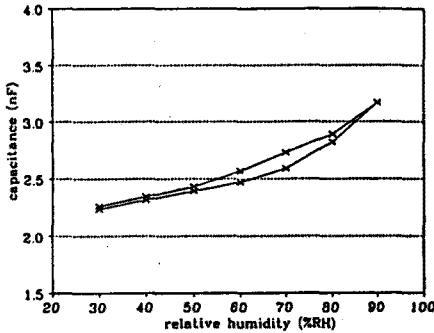


그림 3 상대습도 변화에 따른 히스테리시스 특성

Fig. 3 Hysteresis of relative humidity on relative humidity

3.2 상부전극 두께의 영향

전착조건이 0.7 V/mm, 40S 인 시편을 300 °C 에서 열처리하고 상부 두께를 ① 510 Å ② 830 Å 으로 달리하여 만든 시편을 항온항습기의 챔버 온도를 25°C 로 유지하고, 30 %RH ~ 90 %RH 로 습도 변화시켜가며 캐패시턴스 값을 측정하여 그림 4에 나타냈다.

상부전극의 두께가 두꺼우면 상부전극부분은 수분침투가 어렵고 상부전극이 얇음에 따라 수분침투가 용이하여 감습특성이 좋을 것으로 예상하였

다. 측정결과 상부 두께가 시편① 510 Å, 시편② 830 Å 에서 각각 %RH 당 ①10.8 pF ②9.5 pF 로 상부전극의 두께가 얇을수록 감도가 좋았다. 이는 수분이 감습막에 침투하기 용이하도록 얇은 상부전극에서 특성이 좋을 수 있다. ⁵⁾

3.3 측정온도의 영향

이 실험에서는 감습특성을 측정하기 위한 항온항습기의 온도에 따른 영향을 알아보기 위하여 챔버의 온도를 ① 25°C(상온상태) ② 80°C(고온상태)에서 특성을 조사하였다.

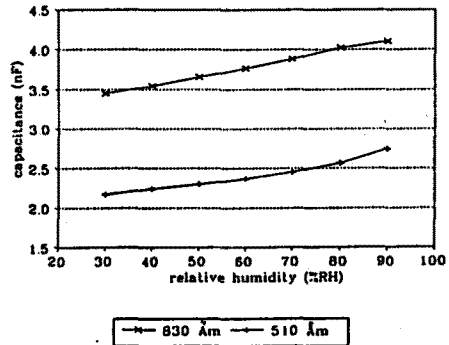


그림 4 상부전극 두께에 따른 습도 특성
Fig. 4 relative humidity VS top electrode thickness

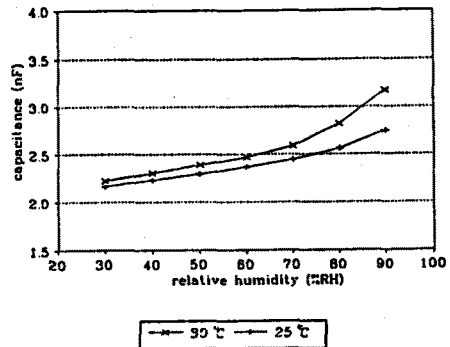


그림 5 측정온도에 따른 습도 특성
Fig. 5 relative humidity VS measuring temperature

그림 5는 측정온도에 따른 습도특성을 나타낸 것이다. 시편의 진착조건은 0.7 V/mm, 40S이며 300℃에서 4시간 동안 열처리하였고 상부전극은 약 830Å 두께이다. 측정결과 챔버의 온도가 25℃, 80℃인 경우 1%RH 당 9.5 pF, 15.7 pF의 캐패시턴스 값의 증가율을 나타냈다.

4. 결 론

본 논문에서는 전기영동법에 의해 제작된 폴리이미드 박막을 감습막으로 하여 습도센서를 제작한 후 이들의 특성을 실험하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 상부전극의 두께가 얇을수록 감습막은 감습특성이 우수하였다.
2. 흡착과 탈착의 연속 싸이클에 의한 히스테리시스 특성은 측정된 결과 40%RH와 80%RH일 때 각각 1.28%, 2.35%로 나타났다.
3. 폴리이미드 박막은 내열성이 우수하여 측정 온도가 80℃의 고온에서도 우수한 감습특성을 나타내었다.

참고 문헌

- 1) 박구범 외4, 습도센서용 플라즈마 중합 유기박막의 감습특성에 관한 연구, 전기전자재료학회 6권 4호, pp.339-346, 1993
- 2) 山本達夫, 高分子 薄膜 / 半導體 接合形成と 感濕機構, 靜電氣學會誌, 16권 3호, pp 204~209, 1992
- 3) 조동현.한상옥外, 폴리이미드 박막을 이용한 습도센서의 개발에 관한 연구, '94하계학술대회논문집 대전전기학회, pp 1233~1235, 1994.7
- 4) 조동현.한상옥外, 전기영동법에 의해 제작된 폴리이미드 박막의 습도특성, '94 춘계학술대회 논문집 한국전기전자재료학회, pp 67~70, 1994.5
- 5) 조동현, 폴리이미드 박막 습도센서의 감습특성, 충남대학교 석사논문, pp31~37, 1995.8