

PVC 및 PC 혼합액을 코팅한 QCM 가스센서의 센싱 및 열화 특성

Sensing and Degradation Characteristics in the QCM Gas Sensor Coated with the PVC and PC

장경욱*, 김명호**, 이준웅***

*경원전문대학 자동차정비과

**경원전문대학 건축설비과

***한국전기전자재료학회

Kyung-Uk Jang*, Myung-Ho Kim**, Joon-Ung Lee***

* Dept. of Automotive Maintenance Eng., Kyungwon College

** Dept. of Architecture Equipment Eng., Kyungwon College

*** The Korea Institute of Electrical and Electronic Material Eng.

Abstract

In the recognition of the gases using the quartz crystal microbalance (QCM) coated with the film materials, it is important to obtain the recognition ability of gases, and the stability of film coated above the QCM. Especially, the thickness of film coated above the QCM is decreased according with the using circumstance and time of QCM gas sensor. Therefore, the sensing characteristics of film is changed with these.

In this paper, we coated the lipid PC (Phosphatidyl Choline) materials varing with the blended amount of PVC(Poly Vinyl Chloride) and solution (Tetra Hydrofan:THF) above QCM to obtain the stability of lipid PC film. QCM gas sensors coated with film materials were measured the frequency change in the chamber of stationary gas sensing system injected 1-hexane, ethyl acetate, ethanol and benzene of 20 μ l, respectively. We obtained the principal component analysis (PCA) from the frequency change due to the absorption of gas.

Also, we measured the degradation characteristics of QCM gas sensor to show the properties of stability.

Key Words(중요용어): QCM gas sensor(수정진동자 가스센서), Principal component analysis (주성분 분석), lipid(지질)

1. 서 론

가스센서는 산업(공업, 농림, 축산, 사무기기 등), 민생(조리, 환기, 공조 등), 방범(음주운전측정 등), 공해방지(대기오염감시, 자동차 연소제어 등), 방재(가스누설, 불완전 연소, 산소결핍, 화재등) 및 의료(마취가스의 분석등)분야등 매우 광범위하게 사용되고 있으며 그 활용범위가 점점 더 확대되어가고 있다.[1-2]

QCM 가스센서 배열은 흔히 여러 가지의 냄새를 검지하기위한 냄새 센싱 시스템에 사용되었다.[3-4]

QCM 가스센서는 수정진동자이고 센싱 필름으로 코팅 되었고, 이 QCM 가스센서의 발진 주파수는 전극에 샘플 가스 흡착에 의한 질량 변화에 따라서 이동한다. [5-6] 그리고 그 주파수의 이동 특성은 센싱 필름에 의존한다. 일반적으로 단일 센서의 선택성은 특정적인 것이 아니라 넓은 범위이기 때문에 신경회로망 혹은 다변수 해석을 사용하여 인식된 센

서의 출력 패턴에 대해서 센서 배열을 사용한다.[7]

Quartz Crystal Microbalance (QCM)위에 PVC(Poly Vinyl Chloride)와 지질 PC (Phosphatidyl Choline)의 혼합막이 스피ن 코팅된 가스센서를 이용하여 가스를 검출하는데 있어서, QCM (수정진동자) 위에 코팅된 막의 안정성과 가스의 검출능력이 중요하다. 특히, QCM위에 코팅된 막의 두께는 센서의 사용환경과 사용시간에 따라서 감소한다.[8]

본 연구에서는 가스 센서막으로 많이 사용되고 있는 지질 PC의 안정성을 얻기 위해서 QCM막위에 PC와 PVC를 용액 THF(Tetra HydroFan : THF)로 용해시킨 액을 스피ن 코팅하였다.

필름막으로 코팅한 QCM 가스센서는 각각, 20[μ l]의 헥산, 에틸 아세테이트, 에탄올 및 벤젠이 주입된 정지계 가스 검출 시스템의 체임버내에 장착하여 주파수 변동을 측정하면서 가스 검출 특성을 측정하였다. 가스 흡착에 따른 주파수 변동을 측정하여 이를 주성분 분석(PCA)한 후 제작된 센서의 가스 검출 특성을 분석하였다. 또한, 제작된 센서의 안정성을 파악하기 위해서 QCM 가스 센서의 열화특성을 측정하였다.

2. 실험

표1에 보인 바와 같이 QCM 가스센서의 안정성을 얻기 위해서 PVC와 THF의 혼합액과 지질 PC를 조성하여 막재료를 만들었다. 본 실험에서 AT-컷 QCM 수정진동자를 사용하였다. 가스센서는 QCM 양표면에 표 1과 같은 조성액을 마이크로 실링지를 이용하여 4 [μ l]양씩 스피ن코팅하여 제작하였다.

표 1. 센싱필름의 종류

Sensor No.	Film Materials
Sensor 1	PC(20mg) + THF(1.8ml)
Sensor 2	PVC(8mg) + THF(0.8ml)
Sensor 3	PVC(8mg) + THF(1.8ml)
Sensor 4	PVC(8mg) + THF(2.8ml)
Sensor 5	PVC(8mg) + THF(0.8ml) + PC(10mg) (4:5)
Sensor 6	PVC(8mg) + THF(1.8ml) + PC(10mg) (4:5)
Sensor 7	PVC(8mg) + THF(2.8ml) + PC(10mg) (4:5)
Sensor 8	PVC(8mg) + THF(0.8ml) + PC(20mg) (4:10)
Sensor 9	PVC(8mg) + THF(1.8ml) + PC(20mg) (4:10)
Sensor 10	PVC(8mg) + THF(2.8ml) + PC(20mg) (4:10)

측정시스템은 그림 1과 같이 정지형 가스센싱 시스템이라고 부르는 진공 공급장치, 센서셀, 주파수 카운터와 컴퓨터로 구성되었다.[2]

샘플 가스로는 1-헥산, 에틸 아세테이트, 에탄올 및 벤젠을 사용하였다. 이들 샘플 가스는 마이크로 실링지를 이용하여 각각 20 [μ l]씩 측정시스템의 체임버에 주입하였다. QCM 가스 센서의 주파수 응답은 온도 27[$^{\circ}$ C]로 유지된 센서셀에서 측정하였다.

주파수 응답 특성으로부터 얻은 분배계수 K의 자연대수 값으로부터 주성분 분석을 하였다. 또한, QCM 가스센서의 열화특성을 측정하기 위해서 센서

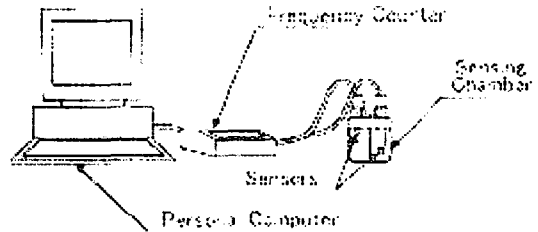


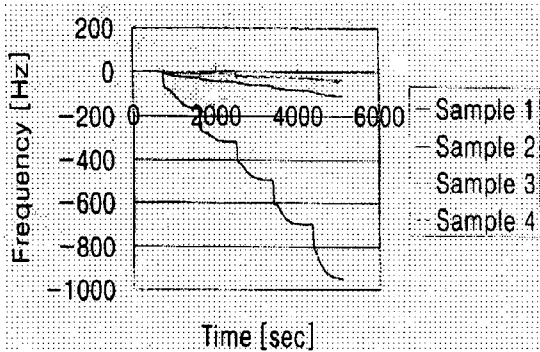
그림 1. 정지계 가스측정 장치의 구성도

셀의 체임버내를 50[%]의 에탄올 포화농도와 온도 58[$^{\circ}$ C]로 유지한 후 측정시간에 따른 QCM 가스 센서의 저항 변화와 공진 주파수 변화를 측정하였다. 열화 특성 측정시간은 각각 24[hr], 48[hr], 72[hr] 그리고 96[hr]로 하였다.

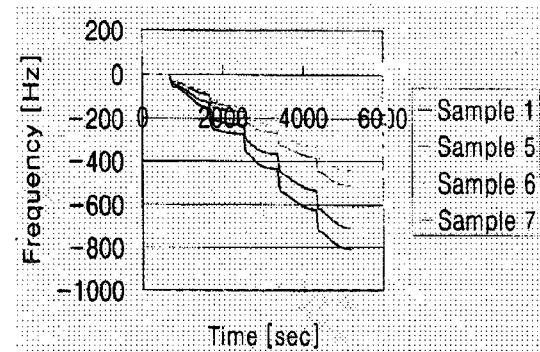
3. 결과 및 검토

그림 2는 센서1, 2, 3 및 4에 대해 샘플가스인 에탄올의 농도를 10, 20, 30, 40 및 50[%]로 한 후의 측정된 주파수 변화의 결과이다. 에탄올의 농도에 따라서 주파수의 변화를 확인할 수 있었다.

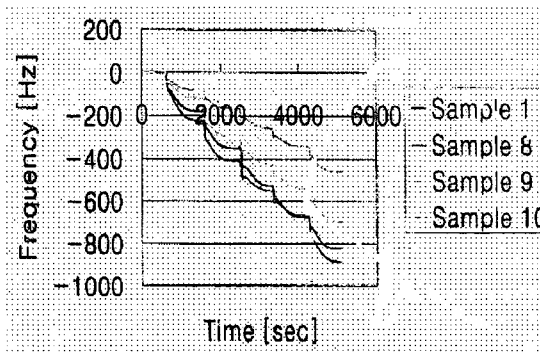
그림 3는 주성분 분석 결과이다. PVC 막, PVC:PC (4:5)막 및 PVC:PC (4:10)막에 대한 주성분 분석 결과는 4차원에서 2차원으로 감소된 좌표 공간에서 잘 분리되었다. 그림2에서 PC와 PVC의 혼합액으로도 또한 QCM 가스 센서는 PC액과 PVC액으로도 또한 QCM 가스 센서 사이에 위치하였다.



(a) 센서 1, 2, 3 및 4



(b) 센서 1, 5, 6 및 7



(c) 센서 1, 8, 9 및 10

그림 2. 에탄올의 농도에 따른 QCM 가스센서의 응답특성

PVC:PC (4:10)의 QCM 가스센서는 PVC를 도포한 QCM 가스센서 쪽에 PVC:PC (4:5)막을 도포한 QCM 가스센서보다 가까이 위치하였다.

그림4는 열화특성 측정 결과로부터 얻은 필름막의 상대적인 잔량은 측정시간의 증가에 따라 감소하였다. PVC막은 열화특성 측정시간이 증가함에 따라서 필름의 특성변화는 거의 보이지 않았다.

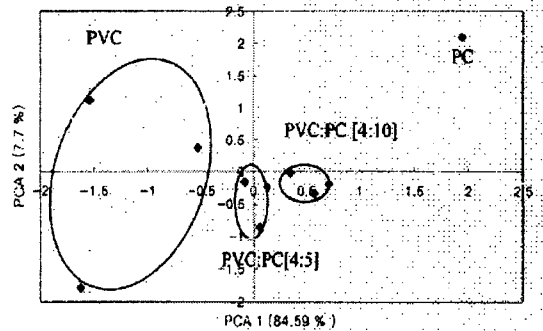


그림 3. PVC, PVC:PC(4:5) 및 PVC:PC(4:10)막을 코팅한 센서의 주성분 분석결과

그림3에서 PVC:PC (4:5)막(센서 5, 6 및 7)을 도포한 센서는 PVC:PC (4:10)막을 도포한 센서(센서 8, 9 및 10)보다 더욱 안정적인 특성을 보였다.

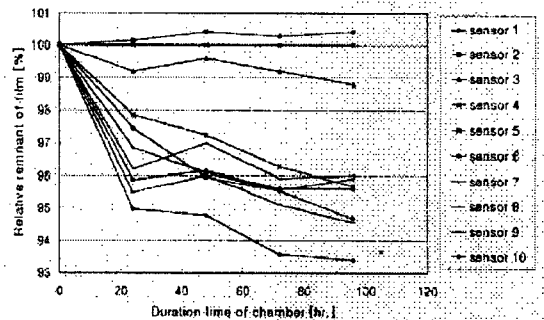


그림 4. PVC, PVC:PC(4:5) 및 PVC:PC(4:10)막을 코팅한 센서의 안정성

4. 결 론

QCM가스센서의 코팅재료로서 일반적으로 사용되고 있는 지질 PC막의 안정성을 얻기 위하여 PC에 PVC 및 THF를 혼합한 여러 가지 막을 QCM위에 도포하여 가스 검출 특성 및 열화특성을 분석한 결과는 다음과 같다.

1. PVC, PVC:PC(4:5) 및 PVC:PC(4:10)막을 도포한 QCM 가스센서의 검출 특성으로부터 패턴 분석이 잘 진행되어 가스를 검출하는데 효과적이었다.

2. 필름의 열화 특성은 PC에 PVC를 혼합하였을 때 향상되었지만, 주파수 응답 특성은 약간 감소되었다.

5. 참고문헌

- [1] 高橋清 外, "ADVANCED SENSOR HANDBOOK", 培風館 (1994)
- [2] JIRI JANATA, "Principle Chemical Sensors", pp.148-174. Plenum Press (1990)
- [3] W. Gopel et al. 2, "Sensors Vol.8", pp. 429-430, VCH (1995)
- [4] 片岡熙榮 外 3, "Sensor Handbook", pp.166-173, 朝創書店 (1993)
- [5] J. Ide, Y. Nakamura, T. Nakamoto, T. Moriizumi, IEICE, Vol.E81-c, No.7, pp.1057- 1063, 1998
- [6] S. Fukuda, T. Nakamoto, T. Moriizumi, IEICE, Vol.J74-C-II, No.5, pp.450-457, 1991
- [7] T. Moriizumi et al., "Analysis of Gas Sensor Transient Response by Visualizing Instantaneous Gas Concentration Using Smoke", Technical Digest of the 15Th Sensor Symposium, pp. 213-216, (1997)
- [8] T. Moriizumi et al., "Study of Active Odor Sensing System with Blender in Liquide Phase", Technical Digest of the 15Th Sensor Symposium, pp. 217-220, (1997)