

PEG 물질을 도포한 QCM 가스센서의 열화특성

Degradation Properties in the QCM Gas Sensors Coated with the PEG Materials

장경욱*, 김명호*, 이원재*,
김상걸**, 정동희**, 이준웅**
이호식***, 김태완***

*경원전문대학, **광운대학교, ***홍익대학교

Kyung-Uk Jang*, Myung-Ho Kim*, Won-Jae Lee*,
Sang-Keol Kim**, Dong-Hoe Jung**, Joon-Ung Lee**
Ho-Sik Lee***, Tae-Wan Kim***

* Kyungwon College, ** Kwangwoon University, *** Hongik University

Abstract

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

In this paper, we coated the PEG materials varying with the blended amount of PVC(Poly Vinyl Chloride) and chloroform above QCM to obtain the sensitive and the stability of PEG film. We measured the degradation characteristics of QCM gas sensor in the ethyle acetate 50[%] concentration to show the properties of stability.

Key Words : QCM, PEG film materials, gas sensor, PVC, stability

1. 서론

냄새 검출 시스템은 음식, 음료, 우주 산업으로부터 환경과 기타 분야에 대해서 사용되고 있다.

현재까지 이러한 분야에서 냄새를 검출하기 위해 사용된 인간의 후각기관이 검출자의 건강과 기

분에 따라서 쉽게 영향을 받는다. 그러므로 실용화를 위해서 객관적인 평가 방법을 개발할 필요성이 있다. 냄새 검출 센서는 그러한 문제를 해결하기 위해서 필요하다.

수정진동자를 이용한 가스 센서는 도포된 감응막의 안정성과 가스 검출 능력이 중요하다.[1-2]

(경기도 성남시 수정구 복정동 산65)

Fax : 031-750-8849

E-mail : kujang@kwc.ac.kr

경원전문대학 자동차과

특히, 수정진동자 위에 도포된 막의 두께는 센서의 감응특성에 중요한 역할을 하지만 센서를 사용함에 따라 감소하는 경향을 보이고 있다.[2]

본 연구에서는 스핀 코팅법을 이용하여 수정진동자 위에 PEG물질과 PVC를 혼합한 액을 도포하여 가스센서를 제작하였으며, 제작된 센서의 사용시간에 따른 안정도를 확인하기 위하여 가스센서를 58[℃]의 고온, 50[%]의 고농도 에틸아세테이트 분위기에 장시간 노출시키면서 수정진동자 가스센서의 열화특성을 측정하였다. PVC를 첨가한 경우 센서의 내구성이 향상되는 것을 확인하였다.

2. 실험

QCM 가스센서의 감응특성을 확보하면서 센서의 안정성을 얻기 위해서 PEG에 PVC와 크롤로폼을 혼합한 액을 표1과 같이 조성하여 막 재료로 사용하였다. 본 실험에서는 온도에 대해서 안정한 특성을 갖는 AT-cut 수정진동자를 사용하였다. 가스센서는 수정진동자 양표면에 혼합액을 마이크로 실린지를 이용하여 각각 4[μ l]씩 스핀코팅하여 제작하였다.

표 1. 센싱 필름의 종류

Sensor No.	Film Materials
Sensor 1	PEG 200 (20mg) + Chloroform (1.8ml)
Sensor 2	PEG 300 (20mg) + Chloroform (1.8ml)
Sensor 3	PEG 400 (20mg) + Chloroform (1.8ml)
Sensor 4	PEG 1M (20mg) + Chloroform (1.8ml)
Sensor 5	PEG 2M (20mg) + Chloroform (1.8ml)
Sensor 6	PEG 4M (20mg) + Chloroform (1.8ml)
Sensor 7	PEG 20M(20mg) + Chloroform (1.8ml)
Sensor 8	PVC(8mg) + PEG 200 (10mg) + Chloroform (1.8ml) (4:5)
Sensor 9	PVC(8mg) + PEG 300 (10mg) + Chloroform (1.8ml) (4:5)
Sensor 10	PVC(8mg) + PEG 400 (10mg) + Chloroform (1.8ml) (4:5)
Sensor 11	PVC(8mg) + PEG 1M (10mg) + Chloroform (1.8ml) (4:5)
Sensor 12	PVC(8mg) + PEG 2M (10mg) + Chloroform (1.8ml) (4:5)
Sensor 13	PVC(8mg) + PEG 4M (10mg) + Chloroform (1.8ml) (4:5)
Sensor 14	PVC(8mg) + PEG 20M(10mg) + Chloroform (1.8ml) (4:5)
Sensor 15	PVC(8mg) + PEG 200 (20mg) + Chloroform (1.8ml) (4:10)
Sensor 16	PVC(8mg) + PEG 300 (20mg) + Chloroform (1.8ml) (4:10)
Sensor 17	PVC(8mg) + PEG 400 (20mg) + Chloroform (1.8ml) (4:10)
Sensor 18	PVC(8mg) + PEG 1M (20mg) + Chloroform (1.8ml) (4:10)
Sensor 19	PVC(8mg) + PEG 2M (20mg) + Chloroform (1.8ml) (4:10)
Sensor 20	PVC(8mg) + PEG 4M (20mg) + Chloroform (1.8ml) (4:10)
Sensor 21	PVC(8mg) + PEG 20M(20mg) + Chloroform (1.8ml) (4:10)

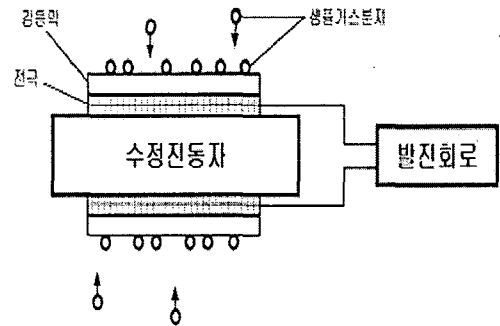


그림 1. QCM 가스센서의 구조

그림1은 QCM위에 혼합액을 스핀코팅한 센서의 구조를 나타내고 있다.

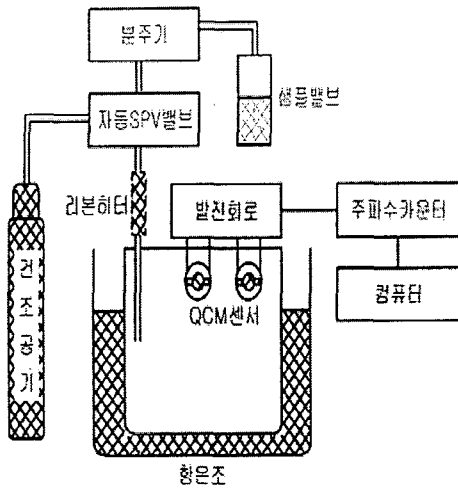


그림 2. 정지계 측정장치

가스의 열화특성을 측정하기 위한 측정시스템은 그림2과 같이 진공 공급장치, চে임버, 주파수 카운터와 컴퓨터를 조합하여 구성하였으며, 이를 정지형 가스센싱 시스템이라고 부른다.[3]

에탄올 가스 주입시 센서의 안정성을 확보하기 위해서 건조공기를 충분히 흘리면서 감응막에 부착된 다른 샘플가스를 제거한후 측정하였다.

고온, 고농도의 분위기에서 제작된 센서의 열화특성을 측정하기 위해서 চে임버의 온도를 58[°C]로 유지하고, 에틸아세테이트의 농도를 50[%]로 유지하면서 시간변화에 따른 저항변화와 공진주파수 변화를 측정하였다. 고온, 에틸아세테이트 고농도의 분위기에서 열화특성 측정시간은 각각 24[hr] 및 48[hr]에서 측정하였다.

3. 실험결과 및 검토

그림 3은 QCM 가스센서의 막두께의 감소에 따른 열화특성을 측정하기 위해서 센서셀이 장착된 চে임버를 50[%]의 에틸아세테이트 포화농도에서 온도 58[°C]로 유지하면서 측정시간에 따른 QCM 가스센서의 저항 변화와 공진 주파수 변화분으로부터 식(1)을 이용하여 감응막의 상대잔량 R을 계산한 결과이다. 열화측정시간은 각각 24[hr] 및 48[hr]으로 하였다.

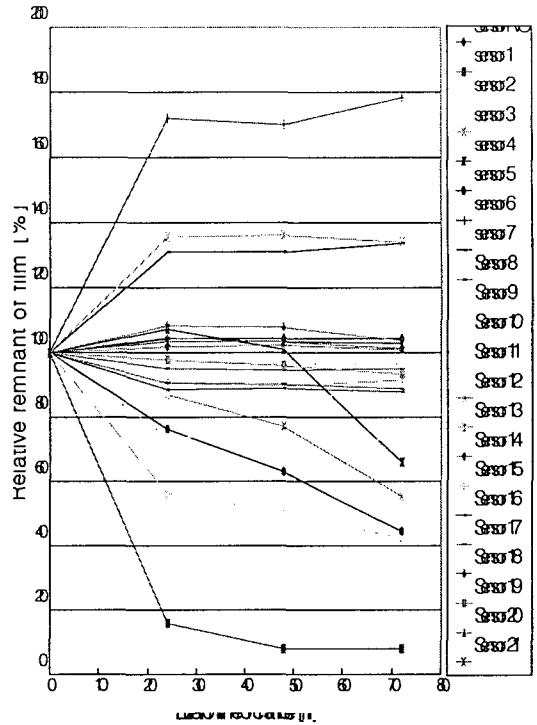


그림 3. 온도 58[°C], 50[%] 에틸아세테이트 농도에서 수정진동자 가스센서의 열화특성

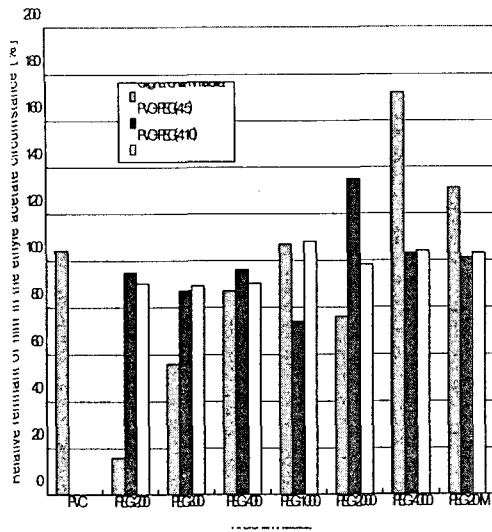
$$R = \frac{F_o - F_{mhr}}{F_o - F_{film}} \quad [\%] \quad (1)$$

F_o : 감응막 도포전의 공진 주파수 [Hz]

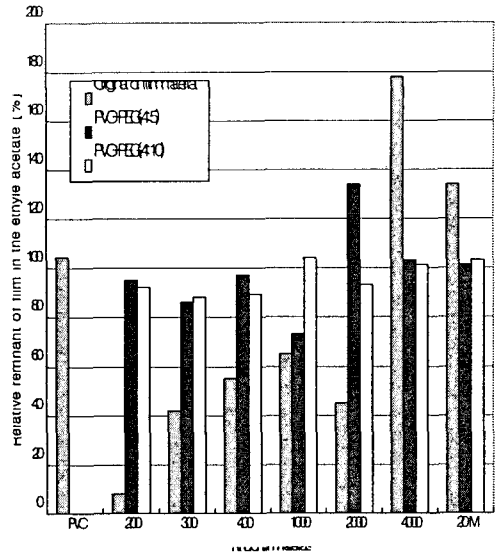
F_{film} : 감응막 도포후의 공진 주파수 [Hz]

F_{mhr} : m 시간 측정후의 공진주파수 [Hz]

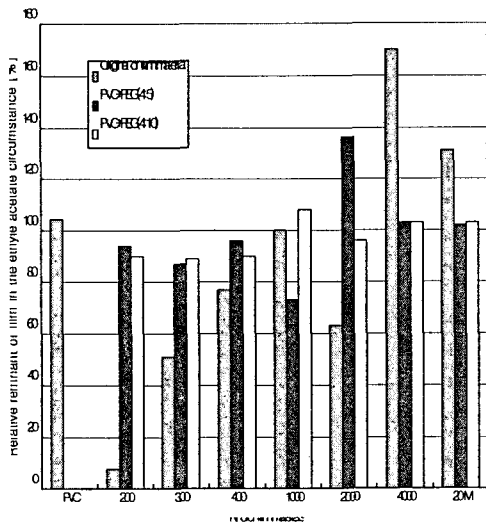
그림에서 시간에 따라 센서를 사용하고 나서 24[hr]이내에서 필름막의 두께 변화량이 급격히 일어나는 것을 확인 할 수 있다. 특히, PVC를 첨가한 막에서 두께가 감소하는 것이 둔화되는 현상을 볼 수 있었다.



(a) 24[hr]



(c) 72[hr]



(b) 48[hr]

그림 4. 시간 변화에 따른 감응막 두께의 변화

그림 4는 센서에 도포된 감응막의 시간변화에 따른 두께 감소를 보여 주고 있으며, PVC와 PEG 물질이 4:5나 4:10으로 혼합된 경우 별차이 없이 감응막의 두께 감소가 둔화되는 것을 확인할 수 있었다. 이는 PVC를 첨가하면 감응막 자체의 가스 감응특성이 저하되는 것을 고려하면 PVC의 첨가량이 적은 4:10 혼합 비율 쪽이 가스 검출특성과 열화 특성을 고려 할 때 안정적이라는 것을 예상할 수 있다.

4. 결 론

수정진동자 가스센서의 감응막으로 사용하는 PEG막의 센서 안정성을 얻기 위해서 PEG에 PVC 및 크롤로폼을 혼합한액을 수정진동자 양면에 스펀코팅하여 에틸아세테이트 분위기에서 열화특성을 분석한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) PVC:PEG[4:10]막이 PVC:PEG[4:5]보다 PEG의 감응막 특성에 가까운 감응특성을 보였다.
- 2) 필름의 열화 특성은 PEG에 PVC를 혼합하였을 때 향상되었다.
- 3) PVC는 PEG의 센서 안정성을 크게 향상시킬 수 있었다.

[참고문헌]

- [1] G. Sauerbrey, "Verwendung von schwingquaren zur Wagung dünner schichtenund zur Mikrowagung",Z Phys. vol. 155, pp.206-222,(1959)
- [2] J. Ide, Y. Nakamura, T. Nakamoto, T. Moriizumi, "Study of Stability of Sensing Film in Odor Sensing System", IEICE, Vol.E81-c,No.7, pp.1057-1063,1998
- [3] 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)