

3E4) CH₃CN 검지용 SnO₂ 박막형 센서의 제작 Fabrication of SnO₂ Thin Film Sensor for CH₃CN Detection

최낙진¹⁾ · 반태현¹⁾ · 곽준혁 · 허증수²⁾ · 이덕동
 경북대학교 전자·전기공학부, ¹⁾경북대학교 센서공학과, ²⁾경북대학교 금속공학과

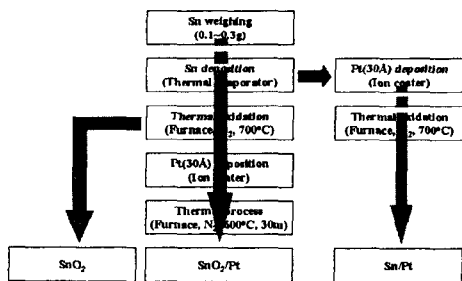
1. 서 론

9. 11 테러사건 이후 세계는 그 발생 장소와 시간을 예측할 수 없는 테러 공포에서 벗어나기 위해 지대한 관심을 갖고 대책 마련에 부심하고 있다. 특히 가공할만한 생화학무기의 사용이 현실적인 문제로 다가오고 있으며 그로 인한 대량살상은 인류의 생존을 위협하는 재난을 불러일으킬 것으로 예상되고 있다. 따라서 생화학 테러에 대비할 수 있는 기술을 개발하는 일은 인류생존의 차원에서 절실히 필요한 실정이다(이종철, 1999). 본 연구에서는 화학작용제 중 혈액작용제의 유사작용제인 acetonitrile(CH₃CN)을 검출할 수 있는 가스센서를 산화주석을 기반으로 박막으로 제작하고, 가스 반응특성을 조사하였다.

2. 실험

2. 1 가스 감지소자의 제작

가스 감지박막을 그림 1과 같이 제조하였다. 히터와 감지막 전극용 Pt 박막은 DC sputter를 이용하여 1000 Å의 두께로 알루미늄 기판의 앞, 뒷면에 증착한 후 Pt 페이스트의 경화를 위해서 850°C에서 10분간 열처리하였다. 감지물질은 그림 1에서처럼 3가지로 나누었으며, 3가지 모두 Sn의 두께에 따른 막의 성질 및 가스 감응특성을 측정하기 위해 열증착기를 이용하여 Sn 1000~3000 Å을 증착하였다. 그림 1(c)의 경우 Sn 열산화 전에 Pt를 ion coater를 이용하여 30 Å 증착한 후 열처리함으로써 열산화시 입자 성장을 억제함으로써 더욱 세밀한 입자를 얻기 위하여 수행되어졌다(C. H. Shim, 2002). 제작된 소자의 사진을 그림 2에 나타내었다. 감지막이 올라갈 전면은 interdigit(IDT)구조를 가진 전극을 그림 2(a)와 같이 구성하고, 히터부분이 올라갈 후면은 전체저항이 10Ω이 되도록 그림 2(b)와 같이 전극을 구성하였다. 그림 2(c)는 박막이 증착되어진 사진이다. 완성된 소자의 전체 크기는 7×10×0.6mm이었다.



(a) (b) (c)
 그림 1. 소자제작 순서도

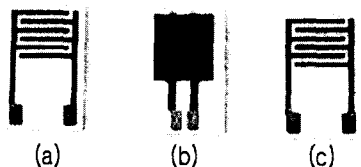


그림 2. 완성된 소자 사진
 (a) 감지전극사진(전면) (b) 히터사진(후면)
 (c) 감지 박막이 형성된 사진

2. 2 실험장치 및 측정 방법

측정대상가스는 혈액가스의 유사가스인 아세토니트릴(CH₃CN)을 사용하였다. CH₃CN은 분자량이 41.05이며, CAS registry number가 75-05-8인 상온에서 액체인 물질이다. 액체상태로 존재하는 아세토니트릴의 증기압을 Antoine equation(식 1)을 이용하여 계산함으로써 측정챔버에 주입되는 측정 가스의 농도를 조절하였다(NIST, 2003).

$$\log_{10} P = A - \frac{B}{T + C} \quad (1)$$

여기서, P(bar)는 증기압을 의미하고, 상수 A, B, C는 각각 5.93296, 2345.829, 43.815이며, T(K)는 온도를 의미한다. 주입된 가스의 농도에 따른 감응센서의 저항 변화분을 data acquisition board(DAQ)를 이용하여 취득하고, PC에서 실시간 모니터링하였다(곽두영, 2002).

3. 결과 및 고찰

제작된 감지물질들의 아세트니트릴에 대한 농도별 가스 감응특성을 그림 3에 나타내었다. 사용되어진 감도식은 식 (2)에 나타내었으며, 그림 3, 4는 절대값으로 계산하여 표시하였다. 감도가 음수라 함은 가스 반응시 저항이 감소한다는 것을 의미한다.

$$S = \frac{R_x - R_0}{R_0} \times 100 (\%) \quad (2)$$

아세트니트릴에 대한 감도는 대체적으로 Sn/Pt 감지막이 좋았으며, 3ppm에서 20% 이상의 감도를 보였다. 다음으로 SnO₂/Pt의 감도가 좋았다. 아세트니트릴에 대해서 Pt 촉매가 감도에 영향을 준 것을 알 수 있다. Sn 증착된 두께별로 볼 때 대체적으로 3000Å에서 좋은 감도를 보였다. 감지물질들의 동작온도별 감도를 그림 4에 나타내었다. 그림에서 보듯이 300℃에서 대부분 높은 감도를 보였다. 아세트니트릴에 대한 실시간 농도별 감응곡선을 그림 5에 나타내었다. 감지물질은 Sn/Pt-3000Å이었고, 동작온도는 300℃였다. 그림 5에서 반응시간을 계산하였다. 보통의 경우 반응시간은 반응포화치의 10%에서 90%까지 걸리는 시간으로 정의되고, 회복시간은 반응시간의 역으로 정의된다(名眞英司, 2001). 제작된 감지물질의 경우, 반응시간은 40초였고, 회복시간은 약 160초였다. 측정 챔버가 500cc이고, 주입되는 가스의 총량이 1000cc/min.임을 감안하면, 가스가 확산하여 챔버가 완전히 채워지는 데 걸리는 시간이 약 30초 정도이므로, 실제 반응시간은 40초보다 짧아진다고 할 수 있다.

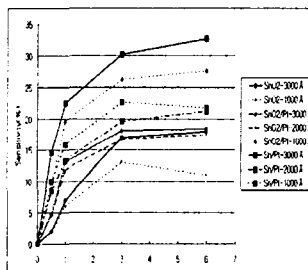


Fig. 3. Sensitivities for CH₃CN concentrations

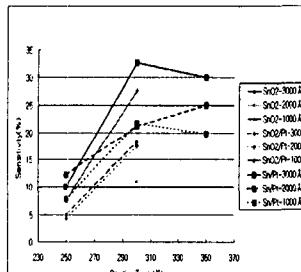


Fig. 4. Sensitivities for operating temperatures.

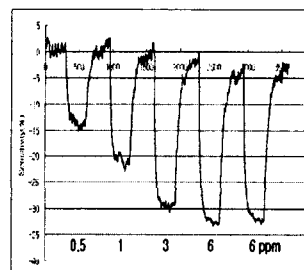


Fig. 5. Response curves for CH₃CN concentrations.

4. 결론

산화주석을 기반으로 CH₃CN 가스 센서를 박막으로 제작하고, 가스 감응특성을 측정하였다. Sn/Pt를 3000Å 증착한 센서를 300℃ 동작온도로 측정했을 때가 아세트니트릴 3ppm에서 30%로 가장 높은 감도를 보였다. 반응시간과 회복시간은 각각 40초, 160초이었으며, 재현성은 full scale에서 ±3% 이내였다.

사 사

과학기술부 국책연구개발사업(생화학테러대기기술개발사업)과 국가지정연구실 사업비에 의해 연구되었음.

참고 문헌

- 이종철 (1999) 「화학탄 및 화학작용제 폐기처리 기술(I)」, JKSWES, Vol. 16.
- C. H. Shim etc. (2002) Gas sensing characteristics of SnO₂ thin film fabricated by thermal oxidation of a Sn/Pt double layer, Sensors and Actuators B, Vol. 81.
- NIST chemistry webBook (2003) 「NIST Standard Reference Database Number 69」.
- 곽두영 (2002) 「LabVIEW™ 컴퓨터 기반의 제어와 계측 Solution」, Ohm사.
- 名眞英司 (2001) 「센서의 활용」, 도서출판 세화, 78-80.