

졸-겔법으로 제작된 SnO₂ 가스센서의 가스 감응 특성에 관한 연구

장경욱, 김명호, 이원재,¹⁾ 김태완, 이호식,²⁾ 정동희, 안준호, 이준웅,³⁾ 김상걸⁴⁾
 경원전문대학,¹⁾ 홍익대학교,²⁾ 광운대학교,³⁾ 특허청⁴⁾

A Study on the Gas Sensing Properties of SnO₂ Gas Sensors Fabricated by Sol-Gel Method

K. U. Jang, M. H. Kim, W. J. Lee¹⁾, H. S. Lee, T. W. Kim²⁾, D. H. Chung, J. H. Ahn, J. U. Lee³⁾, S. K. Kim⁴⁾
 Kyungwon Col.¹⁾, Hongik Univ.²⁾, Kwangwoon Univ.³⁾, KIPO⁴⁾

Abstract : PTC Thermistors specimens were fabricated by added MnO₂ as donors, and Nb₂O₅ as acceptors and sintered 1250 °C /2hrs. Average grain size decreased with increased in added MnO₂, and increased with added in Nb₂O₅. But, appeared liquid phase as Bi₂O₃ and TiO₂, affect to grain growth. XRD result, peak strength waslowed then crystallization not well, but, secondary phase were not showed all specimens. All specimens resistance were so high, about 40MΩ over, couldn't measured to those resistance and doesn't appear PTCR effect.

Key Words : BaTiO₃ ceramics, PTCR effect, MnO₂, Nb₂O₅

1. 서 론

본 연구에서는 SnO₂ 졸용액은 화학 합성과정에 의해 준비하였으며, 3-염화주석과 나트륨 에틸레이트를 기본 반응물질로 이용하였다. 합성된 졸을 ITO기판 위에 디핑 코팅법으로 도포하였다. 코팅된 필름은 졸이 SnO₂로 구조가 바뀌도록 500°C에서 1시간 동안 가열하였다. SnO₂ 필름의 두께는 코팅수에 비례하므로, 시편의 두께는 1000 Å 정도로 하였다.

제작된 센서를 100Hz~100kHz의 다른 주파수 범위에서 임피던스와 위상변화를 측정하였으며, 알콜과 암모니아 용액에 대한 가스반응 실험으로부터 첨가물을 첨가하지 않은 순수 SnO₂가스센서는 가장 높은 감도를 나타내었으며, CuSO₄, AgNO₃와 Au와 같은 물질을 첨가하면 감도를 떨어뜨리지만 여기에 FeCl₃를 첨가함으로써 감도를 증가시키는 경향을 보였다. 샘플 가스 농도에 따라서 감도의 변화를 분석하기 위한 전력법칙 모델을 사용하면, 불순물을 첨가하지 않은 SnO₂ 가스센서는 최적비로 각각 0.08~10% 알콜과 0.05~10%암모니아를 검출하는데 사용할 수 있었다. 최적의 동작온도는 알콜 검출에 대해서는 250°C, 암모니아 검출에 대해서는 350°C였다.

2. 실험

2.1 졸-겔 제작방법

졸-겔법은 넓게는 졸의 준비, 졸의 겔화, 겔의 세라믹화 방법에 의해서 세라믹을 제작하는 방법이다. 필수적으로 졸을 형성하기 위해서는 알콜에 적당히 녹는 금속 유기염 또는 알콕사이드나 수용액에 녹아 있는 무기염처럼 필요한 금속 이온이 용해되어 있어야 한다. 일반적으로 많이 사용한 것은 금속 알콕사

이드 M(OR)_n이다. 이 혼합물은 산소를 갖는 알킬족에 결합된 금속 음이온으로 구성된다. 그림1에 졸-겔법에 의한 가스센서 제조 공정을 나타내고 있다.

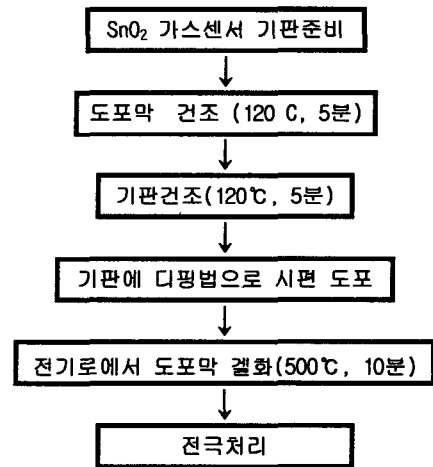


그림 1. 졸-겔법에 의한 가스센서 제조공정

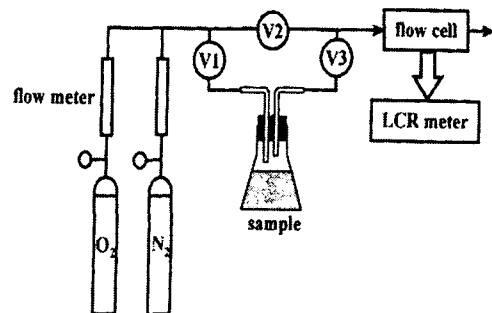


그림 2. 센서 측정 장치

2.2 센서 측정 시스템

ITO글라스 위에 졸 용액을 도포한 후 3시간 동안 500℃의 온도에서 소결하여 가스센서를 제작하였다.

제작된 센서는 그림2에 보인바와 같이 측정장치에 장착하였다. 센서의 임피던스와 위상은 HP4474A LCR메터에 의해 측정하였다. 실험 조건은 표1에 정리하였다.

표 1. 가스센서 측정 조건

측정항목	측정 조건
인가전압	5V _{peak} 0.1~100kHz의 정현파
동작온도	150~350℃
가스센서	500℃에서 소결한 SnO ₂ 가스센서
캐리어	50ml/min
가스유속	(O ₂ 10ml/min, N ₂ 40ml/min)
측정가스 농도	에틸 알콜 0.0001~10% 체적비

3. 결과 및 검토

그림 3은 주파수 변화에 따른 가스센서의 임피던스 변화를 보이고 있다. 측정 주파수 범위에서 임피던스의 값은 거의 일정하지만 위상은 주파수에 따라 약간 감소하였다.

그림 4는 1%의 EtOH에서 100kHz일때의 Z_{air}/Z_{gas} 를 보이고 있다. 그림5는 Z_{air}/Z_{gas} 특성을 보이고 있다.

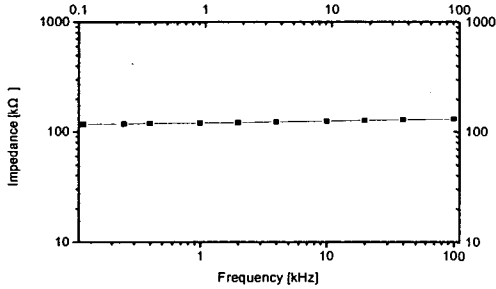


그림 3. 주파수 변화에 따른 센서의 임피던스 변화

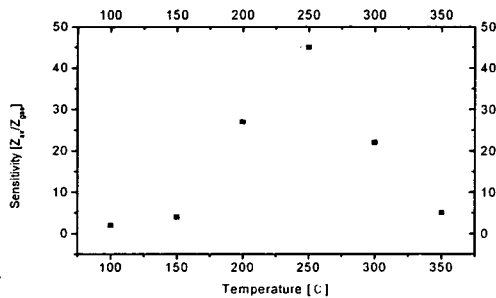


그림 4. 1% EtOH분위기에서 100kHz 일 때의 Z_{air}/Z_{gas}

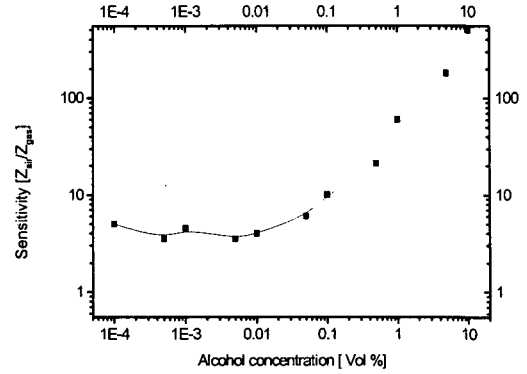


그림 5. 알콜 검출을 위한 캘리브레이션

4. 결론

졸-겔법으로 박막 SnO₂ 가스센서를 제조하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

- ① 불순물의 영향을 최대한 억제하여 안정된 SnO₂가스센서를 제작하였다.
- ② 졸겔법으로 센서 자체의 재료 균질성 확보를 이루었다.
- ③ 다양한 형상의 가스센서 제작을 하였다.
- ④ 낮은 소결 온도로 박막 세라믹 SnO₂ 구현하였다.
- ⑤ 치밀한 입자크기를 갖는 가스센서 제작하였다.

특히, AC모드에서 가스센서의 동작을 측정하여 임피던스의 변화와 동시에 위상변화를 이용하여 가스 검출시스템을 구축할 수 있었다.

참고 문헌

- [1] Hozer, L., "Semiconductor ceramics: Grain boundary effect", London: Ellis Horwood, 1994.
- [2] Mandelis, A., and Christofides, C., "Physics, chemistry and technology of solid state gas sensor devices", New York: Wiley, 1993.
- [3] Madou, M. J., and Morrison, S. R., "chemical sensing with solid state devices", Boston: Academic Press, 1989.