

논문 94-3-1-06

SAW 가스센서의 제작 및 특성*

田春培*, 朴孝德**, 崔東漢°, 李德東°°

Fabrication and Characteristics of SAW Gas Sensor

C. B. Jun, H. D. Park, D. H. Choi, and D. D. Lee

요 약

SAW 가스센서의 기판으로 112° rot. x-cut LiTaO₃ 기판을 사용하였고, 사진식각법으로 reference delay line과 sensing delay line으로 구성된 dual delay line SAW소자를 제작하였다. 각각의 IDT는 전극의 폭이 10 μ m이고, 10개의 전극쌍을 갖는다. 각각 두개의 delay line 중에서 reference delay line은 감지막을 증착시키지 않고, sensing delay line은 유기물 반도체의 일종인 Pb-프탈로시아닌을 shadow mask로써 10⁻⁵ torr의 진공하에서 선택적으로 증착시켰다. 제작된 SAW소자로 rf amp.와 AGC(Auto Gain Control)를 사용하여 dual delay line oscillator를 만들었다. 이때 발진주파수는 87~89 MHz였다. 온도와 NO₂ 가스농도의 변화에 따른 발진주파수의 변화를 조사하였다.

Abstract

112° rot. x-cut LiTaO₃ wafer was used as the substrate of SAW gas sensor. Dual delay line SAW device with IDTs which consist of the reference delay line and the sensing delay line was fabricated using photolithography. Each IDTs had 10 finger pairs and finger spacing is 10 microns. One delay line channel is the reference, while the second is the sensing channel with Pb-phthalocyanine film in the propagation path. Pb-phthalocyanine film which is p-type organic semiconductor was evaporated in 10⁻⁵ torr vacuum using shadow mask selectively. Dual delay line oscillator was constructed by using the rf amplifier and AGC. Frequency of the IDTs had the range of 87~89 MHz oscillation frequency. Oscillation frequency shifts were investigated as a function of the temperature and the concentration of NO₂ gas.

I. 서 론

자동차 내연기관이나 각종 산업용 및 가정용 연소기기 등에서 질소화합물을 비롯한 유독가스를 발생시키고 있어서 심각한 대기오염의 원인이 되고 있다.

질소화합물 중에는 NO, NO₂ 및 N₂O 등이 있으며 유독가스의 일종인 NO_x계 화합물을 선택적으로 감지하기 위한 많은 연구가 이루어지고 있다.^[1-3] 현재 가스센서의 감지물질로서는 금속산화물이 주로 이용되고 있으며, 미량의 귀금속 촉매제를 첨가하여 각종 가스에 대한 감도와 선택성을 높이고자 하는 노력이 이루어져 왔다. 금속산화물 반도체 가스센서는 각종 가스에 대한 감지특성은 우수하나 특정 가스에 대한 선택성이 낮은 단점을 가지고 있다.

가스센서에는 피검가스 감지형태에 따라서 전기전도도의 변화, 정전용량의 변화, 혹은 접촉연소식 반응 등의 물리화학적 변화를 감지하는 형태와 SAW(Surface Acoustic Wave)를 이용해 주파수변화를 측정하는 형태가 있다.^[4-5] 특히 SAW가스센서는 주파수 형태의 출력신호를 만들기 때문에 반도체형 가스센서에 비해

* 蓮庵工業專門大學 電子工學科
(Dept. of Electronics, Yonam Junior College of Engineering.)

** 正會員 : 韓國電子部品綜合技術研究所 電子素子室
(Electronic Device Lab., Korea Electronics Technology Institute.)

° 正會員 : 淸洲大學校 半導體工學科
(Dept. of Semiconductor Eng., Chungju Univ.)

°° 正會員 : 慶北大學校 電子工學科
(Dept. of Electronics, Kyungpook Nat'l Univ.)

<접수일자 : 1994년 1월 12일>

* 본 연구는 1992년 학술진흥재단의 자유공모과제 연구비 지원으로 수행되었음.

더욱 정밀한 양까지 감지할 수 있다. 또한 dual delay line으로 소자를 구성하여 두 delay line의 차동주파수를 검출하면, 온도나 습도같은 외부변수들에 대한 보상없이도 안정된 출력신호를 얻을 수 있고, planar IC technology를 적용할 수 있기 때문에 재현성이 높으며, 소형 경량화가 가능한 장점을 가지고 있다.^[7-9]

본 연구에서는 대기 중의 유독성 오염물질인 산화질소를 저농도(~수ppm)정도까지 검지가 가능한 dual delay line SAW 가스센서를 제작하였으며, 가스 감지막으로서 특정가스종에 대해 선택성이 우수한 유기물반도체의 일종인 금속 프탈로시아닌을 사용하였다. 이를 이용하여 NO₂가스에 의한 발진주파수의 변화를 조사하였다.^[10-12]

II. 실험 및 측정

본 실험에서 사용한 압전기판은 x-cut, 112° rot. Y 축 전파방향을 가지는 LiTaO₃ 기판이었으며, 이를 이용하여 그림 1과 같은 dual delay line구조의 SAW 가스센서를 제작하였다. IDT(Interdigitized Transducer) 구조에서 전극폭의 길이와 전극간 공극의 길이는 동일하게 10 μ m이었으며, 대향길이(A)는 400 μ m, 전극쌍의 갯수(N)는 10개로 설계하였으며, pad전극의 길이는 390 μ m이었다. 설계된 IDT는 1200 μ m×390 μ m의 면적을 갖는다. 감지막이 형성되어 있지 않은 reference SAW delay line과 Pb-프탈로시아닌 감지막이 증착된 sensing SAW delay line으로 dual delay line을 구성하였다. Sensing SAW delay line의 두 IDT 사이에 증착된 Pb-프탈로시아닌 감지막의 폭은 1000 μ m이었으며, 길이는 1200 μ m이었다.

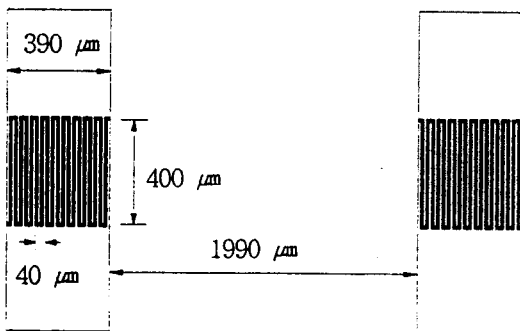


그림 1. IDT 패턴의 개략도
Fig. 1. Schematic diagram of IDT pattern.

그림 2는 SAW소자의 제조공정을 나타낸 것이다.

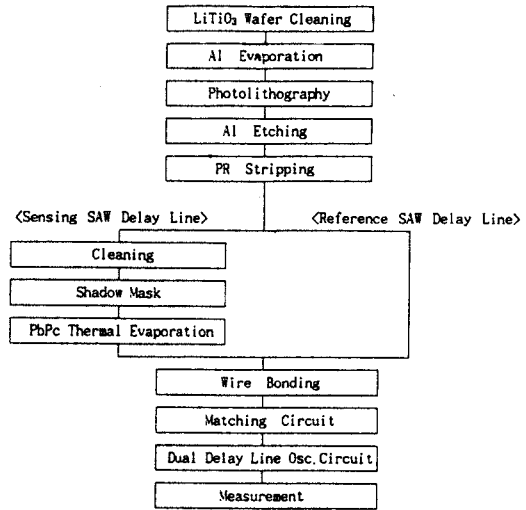


그림 2. SAW 소자의 제조공정
Fig. 2. Fabrication process of SAW devices.

표준세척공정으로 LiTaO₃ 압전기판을 초기 세척한 뒤, 약 5000Å의 Al막을 증착시키고, 사진식각공정기술을 이용하여 SAW소자의 IDT패턴을 형성하였다. 그 다음, shadow 마스크를 사용하여 Pb-프탈로시아닌 감지막을 약 10⁻³torr의 진공도에서 진공증착하여 약 2 μ m의 감지막을 형성하였다. 위 공정에 의해 제작된 SAW 소자는 알루미늄선으로 초음파 결선한 후, 고주파용 BNC연결단자를 사용하여 network analyzer(HP 8504A)에 연결하고 주파수 변화에 따른 임피던스를 측정하였으며, 최대전력전달이 되도록 코일성분을 직렬 연결하여 임피던스 정합회로를 구성하였다.

SAW 소자의 입력측 IDT에 rf교류신호가 입력되면 압전기판이 기계적변형을 받게되고, 설계된 IDT간격에 해당되는 주파수를 갖는SAW가 발생되며, delay line을 지나서 출력측 IDT에 도달하면 기계적에너지가 전기적에너지로 변환된다. 이러한 에너지변환과정도 중정합이 제대로 이루어지지 않으면 전력손실이 발생하므로 출력측 IDT에서 검출된 신호는 극히 적다. 따라서 이러한 전력손실을 보상하기 위해 전력이득이 20 dB이 되게 rf증폭기를 구성하였고, 안정된 공진주파수를 얻기 위해서 AGC(Automatic Gain Control)를 사용하였다.

그림 3은 제조된 dual delay line SAW에 rf 증폭기와 AGC를 연결하여서 구성한 oscillator의 회로구성도를 나타낸 것이다.^[11] Pb-프탈로시아닌 감지막이 증착되어 있는 sensing delay line과 감지막이 형성되어 있

지 않은 reference delay line의 출력을 각각 rf 증폭기로 증폭하였으며, 안정된 출력신호를 얻기 위해 AGC를 사용하여 발진을 시켰다. 가스 존재시 mass loading에 의한 두 delay line의 공진주파수의 차를 저역통과필터를 통과 시킨 후, 이를 주파수 계수기와 스펙트럼분석기로 측정하였다.

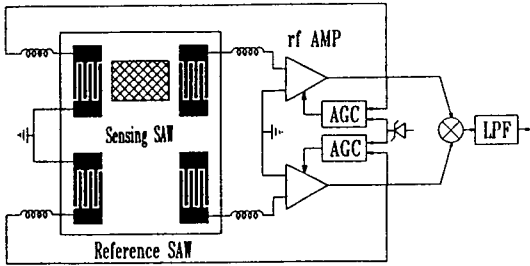


그림 3. Dual delay line SAW 발진기
Fig. 3. Dual delay line SAW oscillator.

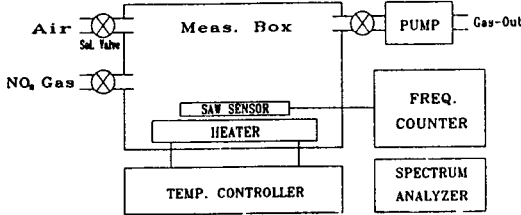


그림 4. 측정장치도
Fig. 4. Measurement system.

그림 4는 제작된 SAW 발진기의 NO₂ 가스농도에 따른 발진주파수의 변화를 측정하기 위한 측정장치도를 나타낸 것이다. 본 연구에서는 1000 ppm의 표준 NO₂ 가스를 사용하였으며, 이를 공기와 혼합하여 NO₂ 가스의 농도가 1~20 ppm이 되도록 가스를 주입한 후, SAW발진기의 발진주파수의 변화를 주파수 계수기와 스펙트럼 분석기를 사용하여 측정하였다. 소자의 동작 온도를 유지하기 위해 히터를 장치하였으며, 진공펌프를 이용하여 가스를 배기하였다.

III. 결과 및 고찰

그림 5는 본 연구에서 제조된 SAW소자의 IDT패턴의 SEM 사진이다. IDT의 전극재료로는 고순도의 알루미늄(5N, Aldrich Co.)을 사용하였고, α -step을 이용하여 증착된 알루미늄막의 두께를 측정해본 결과는 약 5000 Å 이었다. IDT의 임피던스는 주로 정전용량성

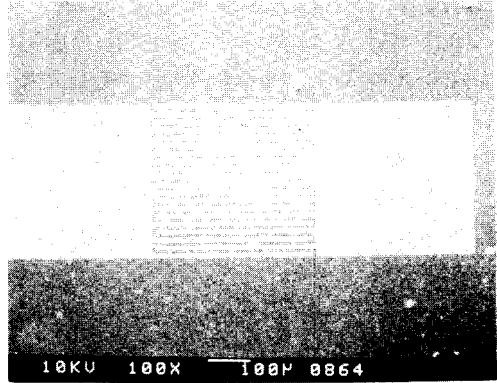


그림 5. SAW IDT의 SEM사진.
Fig. 5. SEM Photograph of SAW IDT (100x).

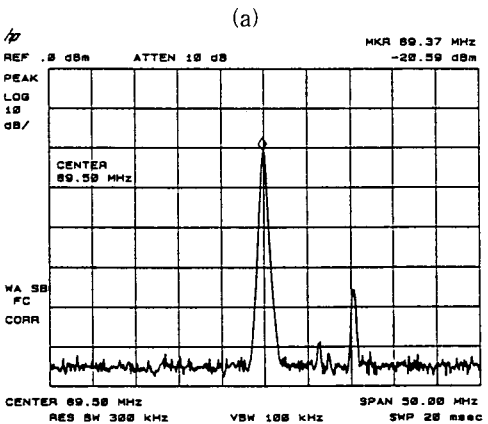
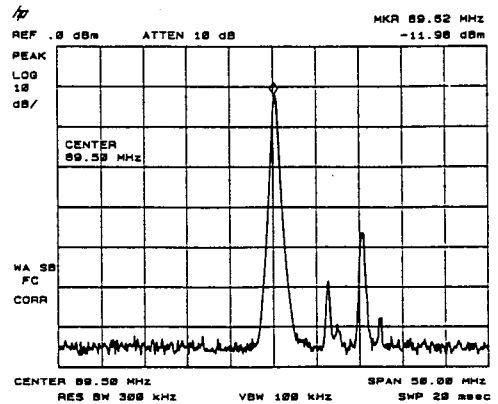


그림 6. SAW 발진기의 주파수 스펙트럼
a) Reference SAW 발진기의 주파수 스펙트럼
b) Sensing SAW 발진기의 주파수 스펙트럼
Fig. 6. Frequency spectrum of SAW oscillator.
a) Frequency spectrum of reference SAW oscillator.
b) Frequency spectrum of sensing SAW oscillator.

분으로 구성되며 network analyzer (HP 8504A)로 측정된 결과는 82.7MHz에서 정전용량성분이 31.626 pF이었다. 최대전력전달을 위해 코일을 연결하여 임피던스 정합을 이루었으며, 그 결과 정합전의 전력손실이 -40dBm에서 -70dBm의 범위였으나, 정합후에는 -10dBm에서 -30dBm으로 크게 개선되었다.

그림 6은 임피던스 정합을 이루고 SAW delay line oscillator를 구성한 다음, 발진주파수를 spectrum analyzer(HP 8502A)로 측정한 것이다. 그림에서 나타낸 바와 같이 reference 및 sensing SAW 발진기의 발진 주파수는 각각 89.62MHz와 89.37MHz였다. sensing delay line에 증착된 Pb-프탈로시아닌 감지막의 두께는 α -step으로 분석한 결과 약 $2\mu\text{m}$ 였다.

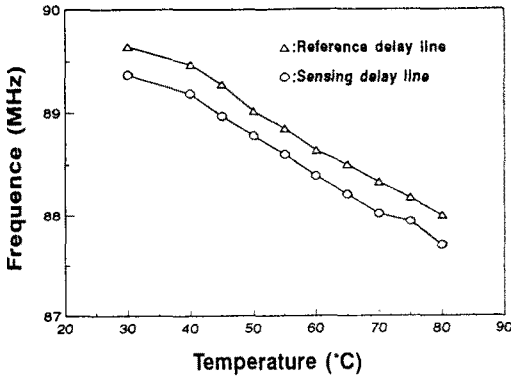


그림 7. 온도변화에 따른 SAW 센서의 출력주파수 변화
Fig. 7. Temperature effects on the SAW sensor output frequency.

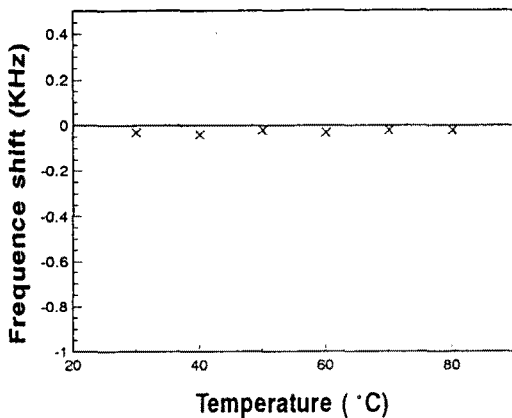


그림 8. Dual delay line SAW 센서의 온도에 따른 출력주파수 변화
Fig. 8. Frequency shift of dual delay line SAW sensor as a function of the temperature.

그림 7은 제작된 reference 및 sensing SAW 발진기의 온도변화에 따른 발진주파수의 변화를 나타낸 것이다. 온도가 증가함에 따라 각 발진주파수는 $-34\text{kHz}/^\circ\text{C}$ 로 감소함을 알 수 있으며, 각 발진기의 변화폭은 큰 차이가 없었다. 따라서 dual delay line oscillator를 사용하면, 온도에 의한 영향을 상쇄시킬 수 있으므로 gas loading에 의한 주파수변화만을 측정할 수 있을 것으로 생각된다.^[11]

Dual delay line SAW 소자의 온도에 따른 주파수 변동을 그림 8에 나타내었다. 그림 7에서 나타낸 single delay line SAW를 사용하여 측정했을 때의 결과와 비교하면, dual type으로 측정하였을 때는 온도에 따른 주파수의 변화가 거의 없음을 알 수 있다.

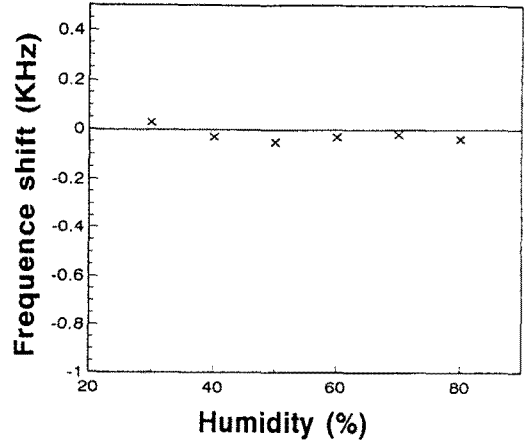


그림 9. Dual delay line SAW 센서의 상대습도에 따른 출력주파수 변화

Fig. 9. Frequency shift of dual delay line SAW sensor as a function of the relative humidity.

그림 9는 dual delay line SAW 소자를 상대습도 30~80%의 범위에서 습도변화에 따른 주파수변화를 조사한 것이다. 상대습도의 증가에 따른 주파수변화는 거의 생기지 않았다. Dual delay line에서는 온도에 의한 영향 뿐 아니라 습도에 의한 영향도 상쇄시킬 수 있음을 확인할 수 있었다.

그림 10은 NO_2 , CO 및 C_3H_{10} 등의 가스농도변화에 따른 dual delay line SAW 소자의 주파수 변화특성을 조사한 것이다. NO_2 이외의 다른 가스에 대해서는 주파수 변화가 거의 없었으나, NO_2 가스에 대해서만 주파수변화를 나타내므로 NO_2 가스에 대해 선택성이 매우 높음을 알 수 있었다.

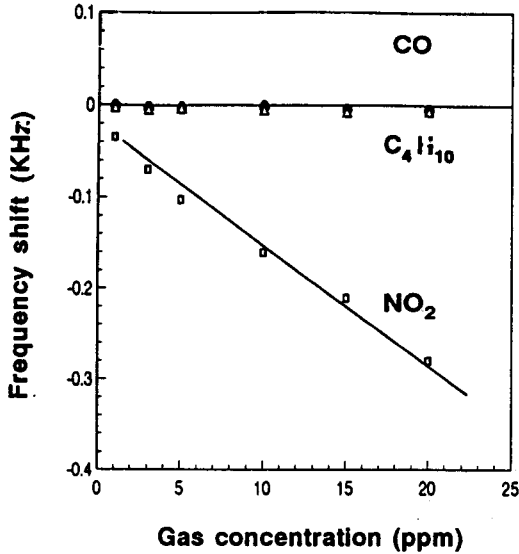


그림 10. NO₂ 가스농도에 따른 주파수변화 특성
 Fig. 10. Difference of frequency as a function of NO₂ gas concentration.

IV. 결 론

LiTaO₃ 를 압전기판으로 사용하여 dual delay line SAW가스센서를 설계 및 제작하였다. 제조된 IDT의 임피던스는 82.7MHz에서 31.626pF의 정전용량성분을 가짐을 알 수 있었다. 최대전력전달을 위하여 임피던스 정합을 이루어서 전력손실을 개선시켰다. reference 및 감지막으로 Pb-프탈로시아닌을 증착한 sensing SAW delay line의 발진주파수는 각각 89.62MHz, 89.37MHz였으며, 발진주파수의 온도의존성은 -34kHz/°C였다. Dual delay line 발진기를 사용하면 온도 및 습도에 의한 영향을 상쇄시킬 수 있으므로 gas loading에 의한 주파수 변화만을 측정할 수 있었다. 20ppm까지의 NO₂ 가스에 대한 주파수변화는 28Hz/ppm이었으며, NO₂ 가스에 대해 선택성이 매우 높음을 알 수 있었다.

참 고 문 헌

- [1] B. Bott and T. A. Jones, "A highly sensitive NO₂ sensor based on electrical conductivity changes in phthalocyanine films," *Sensors and Actuators*, vol. 5, pp. 43-53, 1984.
- [2] T. A. Jones and B. Bott, "Gas induced electrical conductivity changes in metal phthalocyanine," in *Proc. Int. Conf. Solid-State Sensors and Actuators*, IEEE Cat. no. 85CH2127-9, pp. 414-417, 1985.
- [3] H. Yasuda *et al.*, "Effect of oxygen on electrical properties of lead phthalocyanine," *J. Phys. Soc. Japan*, vol. 37, no. 4, pp. 1024-1030, 1974.
- [4] Lord Rayleigh, "On waves propagated along the plane surface of an elastic solid," *Proc. London Math. Soc.*, vol. 17, pp. 4-11, 1885.
- [5] M. S. Nieuwenhuizen and A. Venema, "Surface acoustic wave chemical sensors," *Sensors and Actuators*, vol. 5, pp. 261-300, 1989.
- [6] H. Wohltjen and R. Dessy, "Surface acoustic wave probe for chemical analysis. I. Introduction and Instrument Description," *Anal. Chem.*, vol. 51, no. 9, pp. 1458-1464, 1979.
- [7] A. Bryant, M. Polrier *et al.*, "Gas detection using surface acoustic wave delay lines," *Sensors and Actuators*, vol. 4, pp. 105-111, 1983.
- [8] Martin Vien, J. David, and N. Cheeke, "Highly sensitivity temperature sensor using SAW resonator oscillator," *Sensors and Actuators A*, vol. 24, pp. 209-211, 1990.
- [9] D. Arn, N. Blom, K. Dubler-Steudle and N. Graber, "Surface acoustic wave gas sensors: Applications in the chemical industry," *Sensors and Actuators A*, vol. 25, pp. 395-397, 1991.
- [10] D. Amati, D. Arn, N. Blom, M. Ehart *et al.*, "Sensitivity and selectivity of surface acoustic wave sensors for organic solvent vapor detection," *Sensors and Actuators B*, vol. 7, pp. 587-591, 1992.
- [11] A. Venema *et al.*, "NO₂ gas concentration measurement with a SAW chemosensor," *IEEE Trans. on Ultras., Ferro. and Freq. Cont.*, vol. UFFC-34, no. 2, pp. 145-155, 1987.
- [12] H. Wohltjen, "Mechanism of operation and design considerations for surface acoustic wave device vapor sensor," *Sensors and Actuators*, vol. 5, pp. 307-325, 1984.

 著 者 紹 介

田 春 培

1983년 경북대학교 전자공학과 졸업(공학사). 1990년 경북대학교 전자공학과 졸업(공학석사). 1990년~현재 동대학원 박사과정 재학중. 1990년~현재 연암공업전문대학 전자공학과 조교수. 주관심 분야 : 가스센서 및 SAW 센서.

朴 孝 德

『센서학회지 제1권 제1호』 논문 92-14, p. 123 참조.
현재 전자부품종합기술연구소 선임연구원.

崔 東 漢

『센서학회지 제2권 제2호』 논문 93-2-2-06, p. 44 참조. 현재 청주대학교 반도체공학과 조교수.

李 德 東

『센서학회지 제1권 제1호』 논문 92-14, p. 123 참조.
현재 경북대학교 전자공학과 교수.