

NO₂ 가스 감지를 위한 표면탄성과 센서의 제작 및 특성

崔 東 漢

Fabrication and Characteristics of Surface-Acoustic-Wave Sensors
for Detecting NO₂ Gas

D. H. Choi

요약

표면 탄성과 가스센서는 소자의 크기가 작고, 값이 싸며, 가스에 대한 감도가 매우 높고 소자의 신뢰도가 높은 장점을 갖고 있다. 본 연구에서는, LiTaO₃ 단결정 압전기판 위에 이중지연선을 갖는 표면 탄성과 NO₂ 가스센서를 설계 및 제작하였다. 제조된 IDT의 커패시턴스는 79.3MHz의 주파수에서 326.34pF였다. 임피던스 매칭이 된 IDT의 반사손실은 79.3MHz의 주파수에서 최대인 -16.74dB로 나타났다. SAW 발진기를 구성하여 고주파증폭기의 이득을 적절히 조정함으로써 안정된 발진이 이루어짐을 확인하였다. SAW 발진기의 NO₂ 가스에 대한 발진주파수의 변이는 28Hz/ppm으로 나타났다.

Abstract

Surface acoustic wave (SAW) device is very attractive for gas sensor applications because of their small size, low cost, high sensitivity, and good reliability. A dual delay line surface acoustic wave NO₂ gas sensors have been designed and fabricated on the LiTaO₃ piezoelectric single crystal substrate. The capacitance of the fabricated IDTs was 326.34pF at the frequency of 79.3MHz. The maximum reflection loss of the impedance-matched IDTs was -16.74dB at the frequency of 79.3MHz. The SAW oscillator was constructed and the stable oscillation was obtained by controlling the gain of rf amplifier properly. The oscillation frequency shift of the SAW oscillator to the NO₂ gas was 28Hz/ppm.

1. 서론

1880년 피에르 퀴리와 자크 퀴리는 특정한 결정에 압력을 가하면 기전력이 발생하는 소위 압전효과를 발견하였다. 그 이후, 레일레이는 1885년 압전체의 표면을 따라 전달되는 표면 탄성과(Surface acoustic wave)의 존재를 이론적으로 예견하였다^[1]. 1965년 White^[2]와 Voltmer는 압전체 위에 IDT(Interdigital Transducer)를 형성하고, 이를 사용하여 표면 탄성과를 발생시킬

수 있음을 최초로 발표하였다. 그들은 1966년에 CdS 결정의 표면을 따라 전달되는 레일레이파(또는 표면 탄성과)를 8MHz의 주파수로 증폭시키는데 성공하였다. 이러한 표면 탄성과의 이동속도는 파가 전달되는 매질의 물리적 특성에 매우 민감해, 매질의 물리적 성질이 조금만 변해도 파의 이동속도가 변하게 되어있다. 이를 이용하면 여러 가지의 센서를 만들 수 있는 데, 1979년에는 SAW 소자 기술을 이용한 최초의 가스센서가 Wohltjen에 의해 제조되었다^[3]. SAW 소자 기술을 가스센서로 이용하는 방식도 현재까지 여러 가지가 보고되어 있다. 그중에서, SAW 발진기를 사용한 가스센서를 최초로 만든 사람이 Wohltjen^[3]이었다. 1981년

청주대학교 전자·정보통신·반도체공학부(School of Electronic, Semiconductor, Computer & Communication Engineering, Chongju University)

<접수일자 : 1998년 11월 13일>

Bryant^[4] 등은 동일한 압전기판 위에 서로 인접한 이중지연선을 만들고, 감지지연선(sensing delay line)에는 피검가스에 민감한 감지막을 형성하고, 이 지연선에 평행한 기준지연선(reference delay line)에는 아무것도 형성하지 않았다. 이렇게 이중지연선 발진기를 구성하고 두 지연선의 발진주파수의 차를 측정하는 방식은, 두 지연선에 공통으로 작용하는 외부 환경 요인들(예를 들면, 온도의 불안정한 변동이나 주변 분위기 압력의 변동, 또는 습도의 변화 등)의 교란작용을 없앨 수 있다는 특징을 갖고 있다. 지난 10여년동안 이에 대한 연구가 집중적으로 이루어졌다^[5-10].

본 연구에서는 이중지연선을 갖는 SAW NO₂ 가스센서를 설계하고, 새로운 압전기판인 LiTaO₃ 단결정상에 이를 제조하여 그 특성을 조사해 보았다.

II. 실험

1. 소자의 제작

이동통신용 SAW 필터는 GHz대의 주파수를 이용하고 있다. 발진주파수는 IDT패턴의 크기가 작을수록 높아지고 발진주파수가 높을수록 환경변화에 민감하다. 그러나 본 연구에서는 사진식각(photolithography)기술의 제한때문에 전극의 폭이 10 μ m이고 전극과 전극사이의 길이가 10 μ m이며 IDT의 전극쌍(finger pair)의 갯수가 10이고, IDT의 폭이 400 μ m이며 전파경로(propagation path)의 길이가 1990 μ m인 IDT패턴을 설계하였다. 전극사이의 길이가 10 μ m이면 발진주파수는 80.75MHz로 예상된다. 이 값은 다음과 같이 계산되었다. SAW 발진기의 발진주파수는 v_R/λ 로 주어진다. LiTaO₃ 단결정 기판의 v_R 을 3230m/s으로 예상하면 $\lambda=4d$ (여기서 d는 전극간 간격)로 부터 d가 10 μ m일 경우 80.75MHz이다. 설계된 SAW소자를 현재까지 SAW 가스센서 제조에 사용되는 quartz, LiNbO₃가 아닌 SAW 가스센서 연구분야에서는 알려진 연구결과가 없는 압전기판을 사용하였다. x축방향으로 절단된 LiTaO₃ 단결정을 기판으로 하여 표면탄성파의 진행방향이 Y축방향으로부터 112° 회전된 방향이 되도록 하였다. 먼저 Al박막을 LiTaO₃ 압전기판 위에 진공증착으로 형성하였다. 초기진공도 5 \times 10⁻⁶torr에서 순도 99.999%(5N)인 알루미늄을 진공증착하여 약 5000Å 두께의 알루미늄 박막을 형성하고, 사진식각공정으로 IDT 패턴을 형성하였다. 제조된 IDT 패턴의 기준지연

선은 그대로 두었고, 감지지연선내의 전파경로에는 NO₂ 가스에 대해 감도가 높고 선택성이 탁월한 것으로 나타난^[11] PbPc 박막을 진공증착법에 의해 형성하였다. 이때 형성한 PbPc 감지막의 폭은 1mm, 길이는 1.2mm였으며 두께는 6000Å였다. 소자제조방법과 과정은 선행연구와 동일하게 하였다^[12].

2. 소자의 특성측정

측정의 편이를 위해, 제조된 SAW 소자를 알루미늄 박판 위에 부착하고, 리드선을 부착(wire bonding)하였다. 그림 1은 알루미늄 기판 위에 장착된 SAW 소자의 모습을 나타낸 것이다.

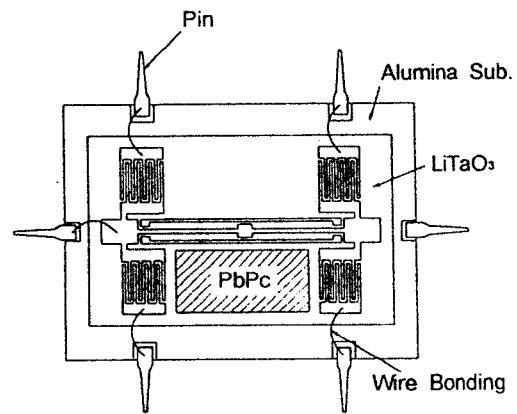


그림 1. 알루미늄 기판 상에 장착된 SAW 소자.

Fig. 1. SAW device configuration mounted on the alumina substrate.

제조된 소자의 IDT특성을 조사하였으며 SAW발진기를 구현하여 발진 특성을 보았고 CO, C₄H₁₀ 및 NO₂ 가스에 대한 감지특성을 측정하였다. 이를 위해, 소형 정전차폐 상자 내에 소자를 장착하고, 그림 2에 나타낸 것과 같이, 고주파용 BNC 커넥터와 파워 스플리터(HP 11667A)를 이용하여 고주파증폭기(HP 8347A)와 오실로스코프, 네트워크분석기(HP 3589A), 스펙트럼분석기(HP 8594A)를 연결하였다.

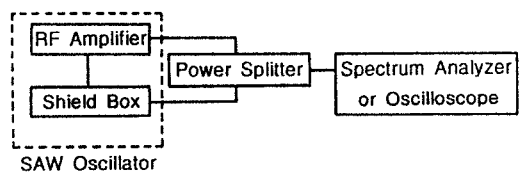


그림 2. 측정장치도.

Fig. 2. Experimental set-up for the measurement.

III. 결과 및 고찰

1. IDT 특성

본 연구에서 제조된 IDT의 커패시턴스값을 알아보기 위해, IDT에 네트워크분석기를 연결하여 스미스차트를 그려보았다. 그림 3은 IDT의 스미스차트를 나타낸 것이다. 그림으로부터 79.3MHz의 주파수에서 IDT의 커패시턴스값이 326.34pF임을 알 수 있다. IDT의 커패시턴스성분을 상쇄시키기 위해 IDT의 입력과 출력 쪽에 코일을 연결하였다. 선행연구^[12]에서는 코일을 사용하였으나, 인덕턴스값을 연속적으로 가변시키기 위해 본 연구에서는 솔레노이드코일을 연결하였다. 솔레노이드코일의 값을 연속적으로 바꾸어가면서 임피던스 매칭이 이루어지는 상태를 찾았다.

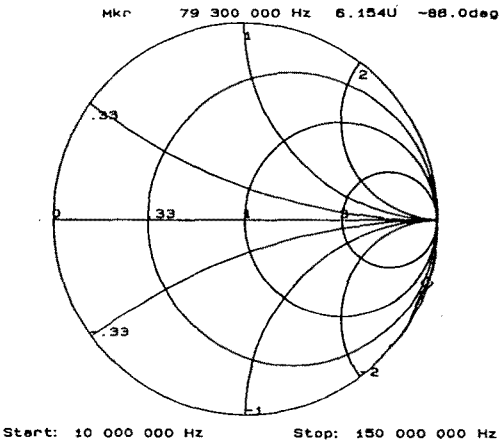


그림 3. IDT의 정전용량 성분을 구하기 위한 스미스 차트.

Fig. 3. Smith chart for the electrostatic capacitance measurement of the IDT.

그림 4는 임피던스 매칭을 이룬 IDT의 반사손실(reflection loss)을 네트워크분석기로 조사한 것이다. 79.3MHz의 주파수에서 반사손실이 -16.74dB로 최소였다. 따라서 본 연구에서 제조된 IDT는 79.3MHz의 주파수를 갖는 표면 탄성파를 가장 효율적으로 전달함을 알 수 있다. 이때, 외부에 연결된 솔레노이드 코일의 인덕턴스값은 스미스 차트 상에서의 임피던스 이동법에 의해 12.34nH임을 알 수 있었다.

그림 5는 기준 지연선의 전송 특성(transmission properties)을 네트워크 분석기로 조사한 것이다.

79.3MHz의 주파수에서 -12.31dB의 손실을 나타내어 이 주파수의 표면 탄성파에 대해 가장 높은 전송효율을 나타내어 그림 4의 결과와 일치하는 것을 확인할 수 있었다.

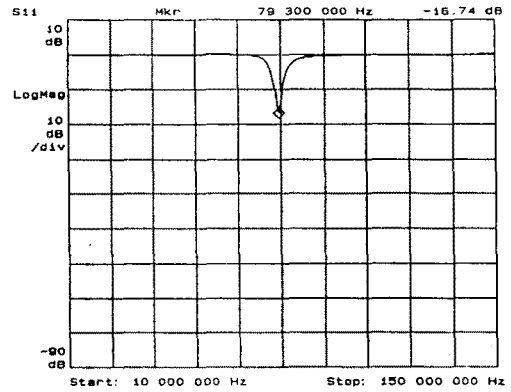


그림 4. 임피던스 정합을 이룬 IDT의 반사손실특성.
Fig. 4. Reflection loss characteristics of the impedance matched IDT.

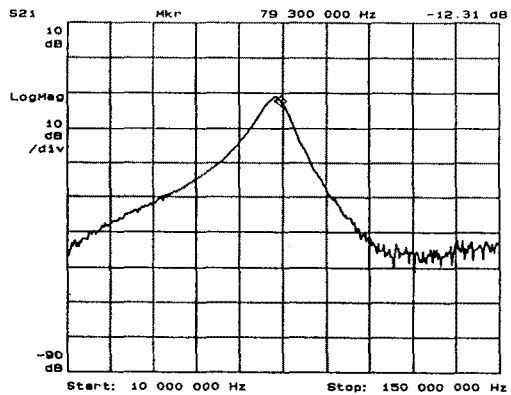


그림 5. 기준 지연선의 전송특성.
Fig. 5. Transmission characteristics of the reference delay line.

그림 6은 기준지연선의 위상변이(phase shift)를 네트워크분석기로 조사한 것이다. 주파수가 79.3MHz인 표면탄성파는 LiTaO₃ 기판의 기준지연선내의 전파경로를 거치는 동안 -126.67도의 위상변이를 겪는 것을 알 수 있다. 따라서 본 연구에서 기판으로 사용한 LiTaO₃ 압전기판은, 설계된 IDT 패턴하에서는 79.3MHz의 주파수를 갖는 표면 탄성파에 대해 가장 효율적인 전달을 하며(최대 전력전달을 하며) 1990 μ m의 거리를 전파하

는 데, -126.67 도의 위상이 변하는 것을 알 수 있었다.

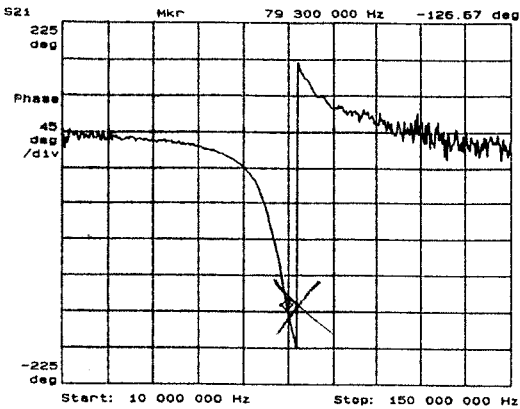


그림 6. 기준 지연선의 위상변이.
Fig. 6. Phase shift of the reference delay line.

그림 7은 감지 지연선의 전송특성을 조사한 것이다. 감지 지연선 역시 79.3MHz 부근의 주파수에서 최대 전송 효율을 나타내지만, 기준지연선에 비해 다소 넓은 범위의 주파수대에서 높은 전송효율을 나타내었는데, 이는 감지 지연선내에 가스감지막으로 형성한 PbPc박막의 영향때문인 것으로 생각된다. 표면 탄성파의 전달특성은 매질의 물리적 성질에 매우 민감하므로, 감지 지연선내에 PbPc막이 덮혀있으면, PbPc막의 질량이 가해지는 효과(mass loading effect)가 생기고, 그 결과 표면 탄성파의 전달 특성이 변하게 된다. 좀 더 구체적으로 기술하면, 표면탄성파의 이동속도(위상속도)가 달라지게 되며, 그 결과 SAW 발진기의 발진주파수가 변하게 된다. 그러므로 최대 전송 효율을 나타내는 주파수인 79.3MHz부근에서의 SAW파의 감쇄가 -22.57 dB로 더 많이 되었으며 그 부근의 주파수를 갖는 표면 탄성파의 전파도 전달이 잘 되지않게 되었음을 볼 수 있다.

그림 8은 감지 지연선의 위상변이를 측정하는 것이다. 79.3MHz의 주파수에서 -177.19 도의 위상변화가 생겼음을 알 수 있다. 기준지연선의 경우 -126.67 도의 위상변화가 있었음에 비해 감지 지연선내에서는 50도 정도의 위상변위가 더 발생했음을 볼 수 있다. 이러한 현상도 감지 지연선내에 형성한 PbPc 가스감지막의 mass loading effect에 의해 일어난 것으로 생각된다. 그러나 IDT 패턴 제조시의 기술적인 제한요소와 감지 지연선내에 형성한 PbPc박막 제조의 재현성문제, 그리고 특성 측정시의 엄밀한 주변환경제어의 곤란 등의 요인이 소자의 동작에 미치는 영향이 있으므로, 이를 먼저 해결

해야, 가스감지막의 mass loading effect에 대한 정확한 분석이 가능할 것이다. 그러나 본 연구에서 제조한 소자에 있어서는, 감지 지연선내에 형성한 가스감지막인 PbPc박막이 표면탄성파의 전달을 방해하는 작용을 하는 것으로 나타났으며, 그 결과 두 지연선의 SAW 파에 대한 전달특성에 약간의 차이가 발생한 것으로 판단된다.

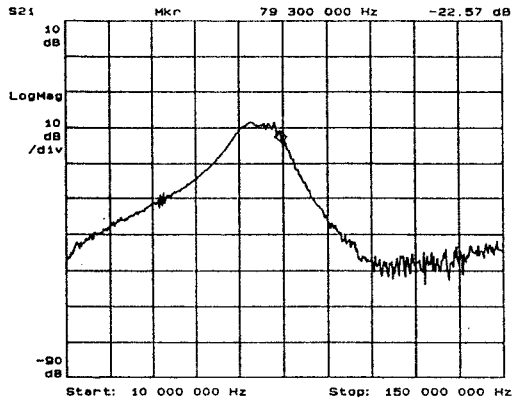


그림 7. 감지 지연선의 전송특성.
Fig. 7. Transmission characteristics of the sensing delay line.

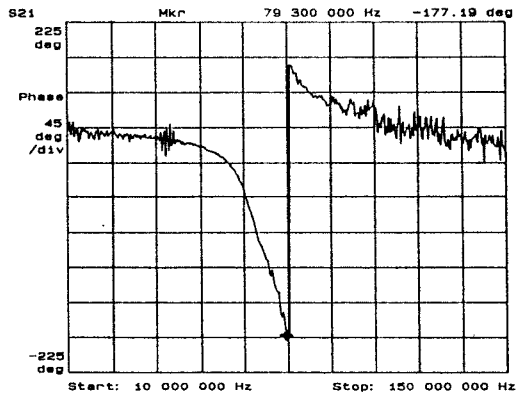


그림 8. 감지 지연선의 위상변이.
Fig. 8. Phase shift of the sensing delay line.

2. SAW 발진기의 구현과 그 특성

제조된 SAW소자의 입력과 출력단에 임피던스 매칭을 위한 솔레노이드 코일을 연결하고, 출력을 고주파 증폭기로 증폭하는 정계환 (positive feedback) 회로로 SAW 발진기를 구현하였다. 이때, 고주파 발진시 외부 잡음의 영향을 줄이기위해, 소자를 소형 차폐상자내에

장착하고, 고주파용 BNC 커넥터와 파워 스플릿터(HP 11667A)로 연결하였다. 특성측정시, 고주파 증폭기의 이득을 각각의 경우에 맞춰 이득과 위상변이조건이 발진조건에 맞도록 조절함으로써 안정된 발진을 얻을 수 있었다.

그림 9는 기준 지연선의 발진스펙트럼을 스펙트럼분석기로 조사한 것이다. 그림에서 알 수 있는 바와 같이 기준 지연선은 79.75MHz의 주파수에서 발진하였다. 이러한 발진주파수는 설계치인 80.75MHz와 거의 일치하는 것으로 볼 수 있으며, LiTaO₃ 기판의 물리적특성이 여러 변수에 의존적이므로 설계시에 예상했던 ν_R 의 값에 다소 차이가 나는 것으로 판단된다.

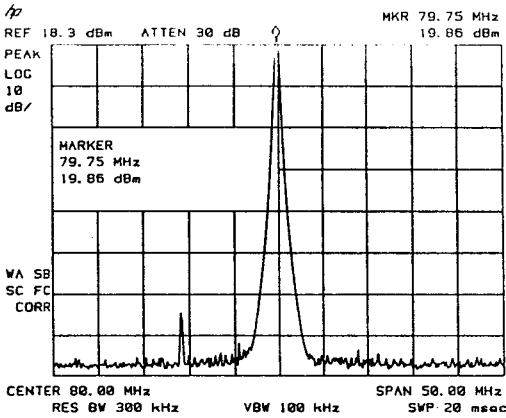


그림 9. 기준 지연선의 발진 스펙트럼.
Fig. 9. Oscillation spectrum of the reference delay line.

그림 10은 감지 지연선의 발진 스펙트럼을 나타낸 것이다. 감지 지연선은 80.12MHz에서 발진하여 기준 지연선의 발진 주파수와는 다소 차이가 있었다. 이는 그림 7의 결과와 다소 차이가 나는 값이지만, 그 이유에 대해서는, 발진현상은 여러 요인이 복합적으로 작용한 결과로 현재로서는 확실하게 말할 수가 없다. 다만 가스감지막으로 감지지연선내에 형성한 PbPc막의 작용때문인 것은 분명하다. 그렇지만 이러한 두 지연선간의 발진 주파수의 차이는 본 실험에서는 소자의 외부에 연결한 솔레노이드 코일의 값을 미세하게 조절함으로써 동일하게 맞출 수가 있었다.

그림 11은 기준 지연선의 발진상태를 오실로스코프에 확인한 것이다. 고주파 증폭기의 이득을 조절하여 SAW 발진기의 loop 이득이 1이 되도록, 위상변이는 2

π 의 정수배가 되도록 함으로써 매우 안정된 발진상태가 지속됨을 확인할 수 있었다.

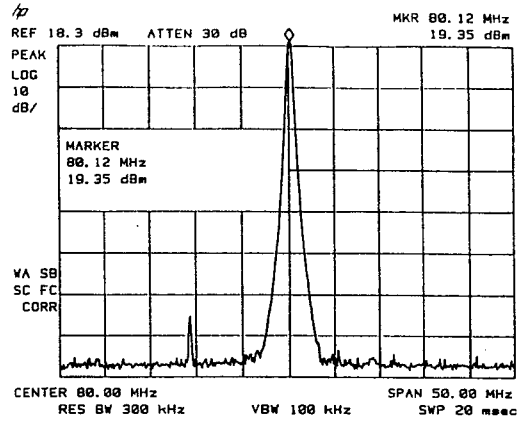


그림 10. 감지지연선의 발진 스펙트럼.
Fig. 10. Oscillation spectrum of the sensing delay line.

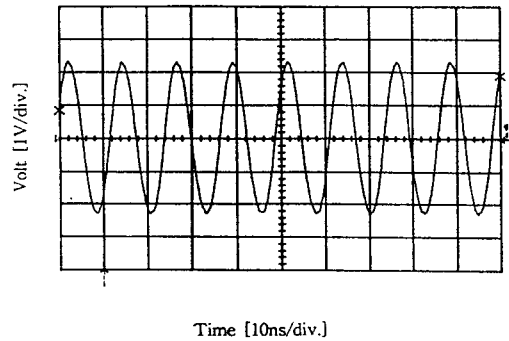


그림 11. SAW 소자의 발진.
Fig. 11. Oscillation of the SAW device.

3. NO₂ 가스 감지 특성

본 연구에서 제조된 SAW 발진기의 발진주파수를 측정하면서 피검가스를 주입하는 어려움으로 인해 다양한 측정은 하지 못했으나 가스센서로서의 동작을 평가하기위해 CO, C₄H₁₀, NO₂가스를 각각 일정농도로 주입하여 두 지연선의 발진주파수를 각각 측정하고 그 차이를 구해보았다. 먼저 CO와 C₄H₁₀가스를 주입해 본 결과, 발진주파수의 변화는 있었지만 두 지연선의 발진주파수의 차이에는 거의 변화가 없었다. 이는 선행연구^[11]에서 절연기판 위에 진공승화법에 의해 제조된 PbPc막이 CO와 C₄H₁₀가스에는 감도를 나타내지 않으며 NO₂가스에 대해서만 선택적으로 감지능력을 갖고

있었던 것으로 미루어 볼 때, 이들 두 가스는 SAW 소자에 mass loading effect로만 작용하며 PbPc막과 화학적인 반응(화확흡착) 하지않는 것으로 생각되며 이들 가스의 mass loading effect는 정확하게 계량할 만큼의 측정조건이 아니어서 정확한 기술은 할 수 없다. 여하튼 이들 두 가스에 대해서는 감지지연선과 기준지연선의 발진주파수의 차이는 없는 것으로 나타나 이들 가스에 의한 선택성저하현상은 없는 것으로 조사되었다. 오직 NO₂ 가스에 의해서만 그림 12에 나타낸 바와 같이 NO₂ 가스 1ppm당 28Hz정도의 발진주파수의 변동이 측정되었다. 따라서 본 연구에서 제조된 SAW 가스센서는 NO₂ 가스감지에 매우 좋은 특성을 나타냄을 알 수 있었다. 또한 온도변화에 대한 영향(30-80℃)과 습도변화에 대한 영향(30-80%RH)도 상쇄시켜주는 효과를 나타내었다. 본 연구에서 가스 감지 특성 측정에 사용된 NO₂ 가스는, 1000ppm의 NO₂ 가스를 고순도 N₂로 희석하여 1~20ppm범위의 농도로 조절한 것을 사용하였다.

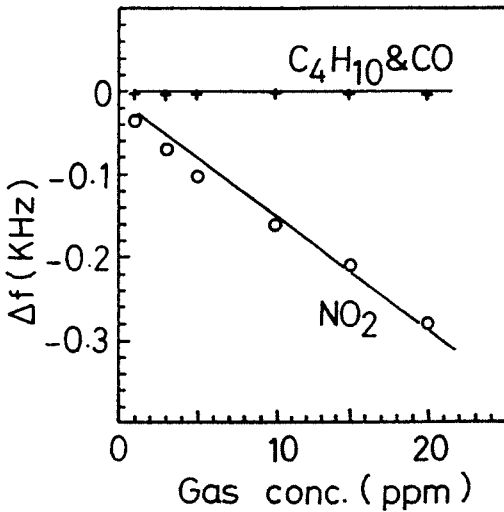


그림 12. NO₂, CO, 및 C₄H₁₀ 가스의 농도에 따른 SAW 가스 센서의 발진주파수 변이.

Fig. 12. Oscillating frequency shift of the SAW gas sensor as a function of NO₂, CO, and C₄H₁₀ gas concentration.

IV. 결론

본 연구에서는 NO₂ 가스에 선택적으로 민감한 이중지연선 SAW 가스 센서를 설계하고 LiTaO₃ 기판상에

이를 제조하고 그 특성을 조사해 보았다. LiTaO₃ 압전 기판상에 제조한 IDT의 정전 용량 성분은 79.3MHz의 주파수에서 326.34pF였다. 솔레노이드코일을 연결하여 임피던스 매칭을 이룬 상태에서 IDT의 최대 반사손실은 79.3MHz의 주파수에서 -16.74dB였으며, 이때의 인덕턴스의 값은 스미스차트에서의 임피던스이동법에 의해 12.34nH로 구해졌다.

고주파 증폭기와 솔레노이드코일을 연결하여 발진기를 구현하였으며, 고주파증폭기의 이득을 적절히 조절함으로써, 안정된 발진을 하였다. NO₂ 가스에 대한 발진 주파수의 변화량은 28Hz/ppm정도였다.

참고 문헌

- [1] Lord Rayleigh, "On waves propagated along the plane surface of an elastic solid", Proc. London Math. Soc., vol. 17, pp. 4~11, 1885.
- [2] R. M. White and F. W. Voltmer, "Direct piezoelectric coupling to surface electric waves", Appl. Phys. Lett., vol. 7, no. 12, pp. 314~316, 1965.
- [3] H. Wohltjen and R. Dessy, "Surface acoustic wave probe for chemical analysis. I. Introduction and Instrument Description", Analytical Chemistry, vol. 51, no. 9,8, pp. 1458~1464, 1979.
- [4] A. Bryant, D. L. Lee and J. F. Vetelino : Proc. IEEE Ultrasonics Symp., Chicago, 171, 1981.
- [5] A. Bryant, M. Polier, G. Riley, D. L. Lee, and J. F. Vetelino, "Gas detection using surface acoustic wave delay lines", Sensors and Actuators, vol. 4, pp. 105~111, 1983.
- [6] 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.
- [7] D. Arn, N. Blom, K. Dubler-Stuedle, and N. Graber, "Surface acoustic wave gas sensors : Applications in the chemical industry", Sensors and Actuators, A, vol. 25, pp. 395~397, 1991.
- [8] D. Amati, D. Arn, N. Blom, M. Ehrat, J. Saunois, and H. M. Widmer, "Sensitivity and

- selectivity of surface acoustic wave sensors for organic solvent vapor detection ", Sensors and Actuators, B, vol. 7, pp. 587~591, 1992.
- [9] A. Venema, E. Nieuwkoop, M. J. Wellekoop, W. J. Ghijsen, A. W. Barendesz, and M. S. Nieuwenhizen, " NO₂ gas concentration measurement with a SAW chemosensor ", IEEE Transaction on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, vol. UFFC-34, no. 2, pp. 148-155, 1987.
- [10] H. Wholtjen, " Mechanism of operation and design considerations for surface acoustic wave device vapor sensor ", Sensors and Actuators, vol. 5, pp. 307~325, 1984.
- [11] 최동한, " 프탈로시아닌막의 NO₂ 가스 감지 특성 ", 청주대학교 산업과학연구, 제12권, pp. 171~182, 1994.
- [12] 전춘배, 박효덕, 최동한, 이덕동, " SAW 가스센서의 제작 및 특성 ", 센서학회지, 제3권, 제1호, pp. 40~45, 1994.

著 者 紹 介



최 동 한 (崔 東 漢)

1960년생.

1982년 경북대학교 전자공학과졸업(공학사)

1984년 경북대학교 대학원 전자공학과졸업(공학석사)

1988년 경북대학교 대학원 전자공학과졸업(공학박사)

1988년 ~ 현재 청주대학교 전자·정보통신·반도체공학부 부교수

주관심분야: 반도체 가스 센서, 반도체 재료 및 소자, 집적회로 공정기술