

수정미소저울 노점센서 제작 및 반응특성 연구

권수용[†] · 김종철 · 최병일

Development of QCM dew point sensor and its sensing characteristics study

Su Yong Kwon[†], Jong Chul Kim, and Byung Il Choi

Abstract

This paper represents development of quartz crystal microbalance (QCM) and usage as a dew point sensor. The temperature of a quartz resonator was controlled precisely from 20 °C to -30 °C with the ramping rate of 0.1 °C/s by using a custom-made crystal holder housing the quartz resonator associated with a thermoelectric cooler (Peltier cooler), which results in the working range from 15.2 °C to -24.0 °C based on an accurate holder temperature compensation and temperature effect compensation process. The developed QCM dew point sensor and analysis techniques show very good sensing characteristics at measurement of moist air with the relative humidity from 10 %R.H. to 90 %R.H. generated by a divided-type humidity generator and the dew point temperatures were determined with an accuracy of less than ± 0.18 °C, which also showed good agreement with reference values in their error range.

Key Words : QCM sensor, dew point sensor

1. 서 론

습도측정은 환경, 산업, 음식, 농업, 의료, 자동차, 직물, 그리고 바이오기술 등 수없이 많은 분야에 있어 매우 중요하다. 다양한 센싱기술(예로, 임피던스^[1], 정전용량^[2], 광학적방법^[3], FET^[4], 표면음파(surface acoustic wave, SAW)^[5], 그리고 수정미소저울(Quartz Crystal Microbalance, QCM)^[6-9] 등)들이 습도측정을 위해 개발되어져 왔다. 그 중에서도 노점센서는 오랜 기간 동안 가스 내의 습도측정에 있어 표준방법(standard method)으로 사용되어져 오고 있으며, 많은 실험실에서 교정 기준으로 활용되어져 오고 있다. 더욱이 첨단 기술의 빠른 발전에 따른 저노점 영역에서의 습도측정의 중요성은 날로 증가되고 있다. 반도체공정, OLED 패키징, 그리고 초순수 가스제조 등과 같은 분야에서 필요한 많은 공정이 매우 낮은 압력 또는 진공 환경에

서 이루어지며, 공정상의 잔존가스의 한 예인 미량의 수분(trace moisture)은 금속과 반도체박막 등의 물성에 커다란 영향을 미치게 된다. 또한 디스플레이 산업에 있어서 극소공간 내 미량의 수분(ppm 또는 수십 ppb)을 측정하는 기술이 요구되고 있다. 이러한 이유로 정확한 노점온도(이하 노점으로 표기)의 측정 및 분석기술에 대한 요구가 증가되고 있다. 현재 상용화되어 있는 노점계로도 노점 -90 °C까지 측정이 가능하지만 낮은 정확도(accuracy)와 커다란 크기 때문에 정확한 저노점 측정 및 특수한 환경(매우 적은 공간)에서의 노점측정이 힘들기 때문에 높은 정확도를 가지면서 노점을 측정할 수 있는 기술개발이 요구되어져 오고 있다.

기존의 냉각경(chilled mirror)형태의 노점센서에 비해 QCM을 이용할 경우의 장점은 노점형성에 대한 센싱 민감도(sensitivity)가 매우 좋다는 것이다. 따라서 저노점 측정으로 갈수록 좀 더 좋은 성능을 발휘할 수 있게 된다. 냉각경 형태의 센서일 경우, 광학적 방법에 의해 노점형성을 측정하기 때문에 기존에 알려진 바^[10]에 의하면 3 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이상의 이슬이 생겨야 노점측정이 가능한 반면, QCM 센서를 이용할 경우 1 ng/cm^2 의 질

한국표준과학연구원 기반표준부 온도/광도그룹 (Temperature-Optics Metrology Group, Division of Physical Metrology, Korea Research Institute of Standards and Science)

[†]Corresponding author: kweonsy@kriss.re.kr
(Received : June 1, 2006, Accepted : June 30, 2006)

량변화에 대한 민감도를 가지고 있기 때문에 좀더 정확한 노점측정이 가능하며 특히 저노점 영역에서의 특성이 훨씬 우수하다. 또한 QCM 센서의 경우 MEMS 기술과의 접목을 통하여 극소형화(sub- μm)가 가능하여 극소영역에서의 습도측정에도 활용될 수 있기 때문에 기존의 냉각형 형태 노점센서에 비교해 많은 장점을 가지고 있다.

본 연구에서는 QCM센서 제작기술을 바탕으로 노점측정이 가능한 QCM노점센서를 제작하고, 수정진동자(quartz resonator)의 진동주파수 반응특성에 따른 노점측정기술의 개발을 목적으로 한다. 개발된 노점측정기술을 바탕으로 한 노점측정 결과와 기준값과의 비교를 통하여 본 연구에서 개발한 노점측정기술의 유효성에 대해서도 검증하였다.

2. 실험 방법

본 실험에서 사용된 수정진동자는 (주)인피콘에서 구입한 지름 0.55인치이고 고유진동수 6 MHz를 가지는 AT-cut 수정(Cat. No. 008-010-G10)을 사용하였다. 이미 잘 알려진 바와 같이 수정진동자는 LRC 회로소자와 같은 성질을 가지고 있으며^[11], 수정진동자를 이용해 진동회로를 꾸미기 위해 PLO(Phase Lock Oscillator, Maxtex Inc.)를 사용하였다. 수정진동자의 고유진동주파수를 측정하기 위해 HP 53132A frequency counter를 이용하였다. QCM센서의 간략한 회로도도 그림 1에 나와 있다.

QCM센서를 노점센서로 응용할 경우 수정진동자 위에 코팅된 금전극(Au electrode) 표면의 온도를 하강시키면서 금전극 표면에 물분자의 응결현상을 유도하여 응결현상이 생기는 순간의 금전극 표면온도를 측정함으로써 습공기의 노점을 얻게 된다. 따라서 가장 중요

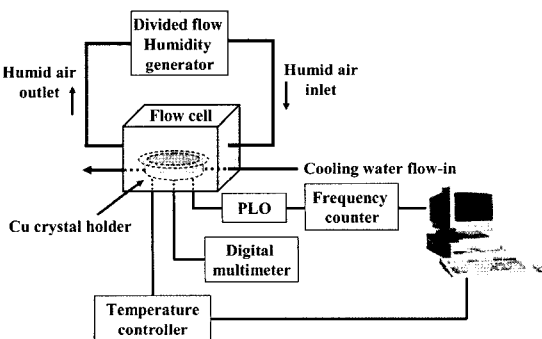


그림 1. 실험장치 개략도
Fig. 1. A schematic diagram of experimental setup.

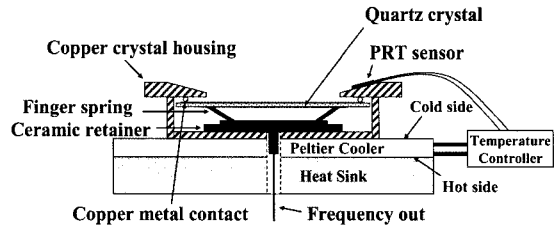


그림 2. Cu 수정진동자 홀더 모식도
Fig. 2. A schematic diagram of the Cu crystal holder.

한 것은 수정진동자 뒷면에 형성된 금전극 표면의 온도를 잘 제어된 방법으로 낮춰주면서 물분자의 응결현상이 나타나는 순간의 금전극 표면온도를 정확히 읽어내는 것이다. 수정진동자의 금전극 표면의 온도를 효과적으로 조절해야 하기 때문에 본 실험에서는 열전도율을 최대화하기 위해 구리로 제작된 수정진동자 홀더(holder)를 사용하였다(그림 2). 수정진동자 홀더의 온도를 조절하여 수정진동자 금전극 표면온도를 조절하는 방법을 택하였다. 제작된 수정진동자 홀더의 온도를 조절하기 위하여 펠티어 냉각소자(Peltier cooler device, Melcor Inc.)를 직접 수정진동자 홀더의 밑면에 접촉시켜 주었다. 또한 유로썸(Eurotherm) 온도조절기(temperature controller)를 이용하여 펠티어 냉각소자의 온도를 조절할 수 있는 회로를 제작하였다. 백금저항온도센서(PT100, Omega Inc.)를 이용해 측정된 수정진동자 홀더온도는 펠티어 냉각소자와 연결된 홀더 온도조절기의 입력값으로 사용되어 온도조절기의 전류출력을 PID방식으로 조절하여 펠티어 냉각소자의 냉각판(cold plate)의 온도를 조절하였다.

수정진동자 홀더의 온도조절을 통해 금전극 표면온도를 조절하기 위해 수정진동자 홀더는 수정진동자 양면의 금전극과 효과적인 열적 접촉을 할 수 있도록 제작되었다. 또한 노점측정에 들어가기 전에 항상 수정진동자 홀더온도와 수정진동자 금전극 표면온도와의 상관관계를 엄밀히 측정할 필요가 있다. 따라서 본격적인 노점측정을 하기 전, 본 연구에서 사용한 QCM노점센서의 수정진동자 홀더온도와 수정진동자 금전극 표면온도와의 상관관계를 구하기 위해 수정진동자 홀더온도와 수정진동자 금전극 표면온도를 백금저항온도센서(PT100, Omega Inc.)를 이용하여 측정하였다.

노점측정을 위해 테프론 재질의 플로우 셀(flow cell)을 제작하였다(그림 1). 제작된 수정진동자 홀더는 플로우 셀 안에 놓여지고 수정진동자 홀더의 온도조절을 위해 1단의 펠티어 냉각소자를 사용하였다. 수정진동자 홀더의 온도가 20°C~30°C 범위에서 조절이 가

능하기 위해서는 펠티어 냉각소자 밑면(hot plate)에서 발생하는 열을 효과적으로 빼주어야 하는데, 이를 위해 15°C의 냉각액이 순환하는 구리 재질의 heat sink를 제작하여 펠티어 냉각소자 밑면과 열적접촉을 시켜주었다. 또한 펠티어 냉각소자의 온도변화가 노점측정에 영향을 주지 않도록 하기 위해 펠티어 냉각소자와 노점 측정용을 위한 공간과는 단열재를 사용하여 엄밀하게 단열을 시켰다.

Labview 프로그램(Ver. 7.0)을 이용하여 수정진동자 홀더온도와 수정진동자의 진동주파수를 0.5초 간격으로 동시에 측정하고 파일로 저장할 수 있는 인터페이스 프로그램을 개발하였다.

노점측정 실험을 하기 위해 본 연구에서는 한국표준과학연구원 습도연구실에서 자체 제작한 분류식 습도 발생장치를 이용하여 습공기를 발생시키고 제작된 플로우 셀에 1 l/min의 속도로 발생된 습공기를 흘려주면서 노점측정 실험을 하였다.

노점을 측정함에 있어 정확도 및 반복성을 감소시키는 요인은 여러 가지가 존재할 수 있다. 그 중의 한 원인은 물분자의 응결이 일어나는 센서표면의 청결도이다. 불순물에 의한 표면오염에 따른 측정오차를 줄이기 위해 실험에 사용된 모든 수정진동자는 금전극 표면을 아세톤과 초음파기기를 이용한 초음파 세척과 초순수물(비저항:18.2 M·Ωcm)로 엄밀히 세척한 후 사용하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 홀더온도 보정

노점센서에서 정확하게 노점을 측정하기 위해서는 기존의 냉각경 습도계(chilled mirror hygrometer)에서와 마찬가지로 노점이 형성되는 순간의 표면온도를 정확히 측정해야만 한다. 본 연구에서는 앞서서도 설명한 바와 같이 수정진동자의 금전극 표면(물분자가 응결을 일으키는 표면)의 온도를 정확히 측정해야 하지만 그러기 위해서는 금전극 표면에 온도센서를 부착해야 한다. 이는 수정진동자에 스트레스(stress)와 스트레인(strain)을 발생시켜 진동주파수 특성에 왜곡현상을 발생시킬 뿐 아니라 센서의 민감도와 정확도에도 영향을 주게 된다. 따라서 노점측정 시 직접 금전극 표면의 온도를 측정하지 않고 간접적인 방법을 통해 온도측정이 이루어지는 것이 바람직하다. 이를 위해 본 연구에서는 수정진동자 금전극 표면과 열적접촉을 최대한 확보할 수 있으면서도 수정진동자의 반응특성을 최상으로 유지하는 방향으로 수정진동자 홀더를 제작하였으며, 수정진

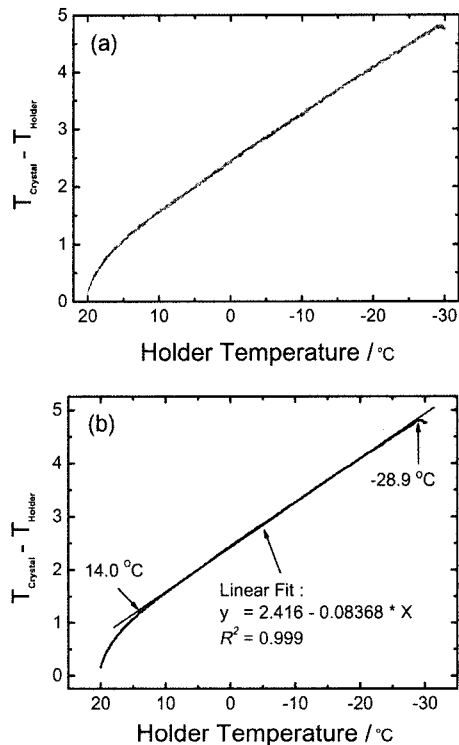


그림 3. 홀더온도 보정곡선: (a) 10회 반복 측정된 곡선, (b) 평균곡선의 선형피팅을 통한 홀더온도 보정식
Fig. 3. Holder temperature compensation curve: (a) curves from 10 times repeated measurement, (b) equation for holder temperature compensation obtained from linear fit analysis for an average curve.

동자 홀더온도를 측정함으로써 간접적으로 금전극 표면의 온도를 측정하였다.

이런 방법을 사용하기 위해서는 수정진동자 홀더온도를 측정하여 수정진동자 표면온도를 얻어낼 수 있는 홀더온도 보정과정을 거쳐야 한다. 홀더온도 보정식을 얻기 위해 수정진동자 홀더와 금전극 표면에 열전도가 우수한 에폭시를 사용하여 백금저항온도센서를 부착시킨 후, 실제로 노점측정이 진행되는 실험환경과 동일한 조건하에서 수정진동자 홀더온도를 하강시키면서 홀더온도와 금전극 표면온도를 각각의 백금저항온도센서를 이용해 측정하였다. 그림 3은 홀더온도 보정을 위해 측정된 데이터를 보여주고 있다. 그림 3-(a)는 수정진동자 홀더온도를 펠티어 냉각소자를 이용해 하강시키면서 홀더의 온도변화에 따른 수정진동자의 금전극 표면의 온도변화를 동시에 측정하여 x-축에는 수정진동자 홀더의 온도를 표시하고 y-축에는 홀더온도와 수정진동자 표면온도의 차이를 나타냈다. 실험조건은 건조공

기($\sim -60^\circ\text{CD.P}$)를 1 l/min의 속도로 플로우 셀로 흘려 주면서 수정진동자 홀더온도를 20°C 에서 -30°C 까지 변화시켜 주었다. 온도를 변화시켜주는 방법은 다음과 같았다. 수정진동자 홀더온도를 20°C 에서 30분 동안 일정하게 유지하다가 0.1°C/s 의 변화율로 온도를 -30°C 까지 하강을 시킨다. 그리고 30초 동안 -30°C 에서 수정진동자 홀더온도를 유지시킨다. 이어서 다시 0.1°C/s 의 변화율로 50°C 까지 온도를 상승시킨 후 1분간 유지한 후 다시 20°C 로 온도를 하강시켜 줬다. 여기에서 50°C 까지 온도를 올렸다 내리는 이유는 건조공기 (-60°CD.P)를 흘려주는 조건에서 실험하여 가능성은 희박하지만 수정진동자 표면에 생겼을지도 모르는 이슬을 기화시켜 제거해 주기 위해서다. 이와 같은 온도 조절과정을 10회 반복 시켜가면서 실험하였다. 그림 3-(a)에서 볼 수 있는 바와 같이 수정진동자 홀더온도를 변화시키면서 수정진동자 금전극 표면의 온도변화를 측정해 본 결과 반복측정에 따른 히스테리시스는 관측되지 않았으며, 10회 반복 측정해서 얻은 데이터 곡선들이 모두 한 곡선으로 겹쳐지는 매우 반복성이 뛰어난 특성곡선을 얻을 수 있었다. 이 곡선을 사용하여 홀더온도 보정을 해주게 되면 온도를 하강시키면서 노점 측정 실험을 할 때 측정된 수정진동자 홀더온도로부터 수정진동자 금전극 표면온도를 정확히 구할 수 있게 된다. 그림 3-(b)는 그림 3-(a)에서 얻은 데이터들의 평균곡선을 보여주고 있다. 이 평균곡선 상에서 직선성(linearity)을 보이는 부분에 대해서 데이터 분석 프로그램(Origin Ver. 7.0)을 이용하여 일차함수로 선형피팅(linear fitting)을 행하였다. 그림에서 보는 바와 같이 14°C 에서 -29°C 까지는 피팅에 사용된 직선의 correlation value (R^2)가 0.999가 나올 만큼 매우 직선적인 성질을 보여주고 있음을 확인할 수 있다. 이렇게 얻어진 직선식($Y=2.416-0.08368 \times X$)은 수정진동자 홀더온도로부터 수정진동자의 금전극 표면온도를 구할 때 적용하는 홀더온도 보정식으로 사용할 수 있다. 따라서 수정진동자의 금전극 표면온도로 환산을 해 보면은 $15.2 \sim -24.0^\circ\text{C}$ 의 노점을 측정하는 경우 그림 3에서 구한 온도보정식($T_{\text{Crystal}}=2.416+0.916 \times T_{\text{holder}}$, 여기에서 T_{Crystal} 과 T_{holder} 는 각각 수정진동자 금전극 표면온도와 수정진동자 홀더온도를 나타낸다.)을 사용할 수 있게 된다. 이와 같이 수정진동자 홀더온도의 실시간 측정으로부터 수정진동자 표면온도를 측정하는 방법은 수정진동자 표면온도가 감소되는 시간을 예측해서 수정진동자 표면온도를 측정하는 식의 기준에 제안된 방법^[7]에 비해 훨씬 정확하고 재현성이 우수한 것으로 3-3절의 노점측정 실험을 통해 확인할 수 있었다.

3.2. 고유진동진동수의 온도효과보정

QCM센서의 경우 수정진동자의 진동주파수가 온도 변화에 민감하게 반응한다^[11]. 따라서 노점을 형성시키기 위해 온도를 변화시키면서 실험을 할 경우 진동주파수의 변화가 온도변화에 의한 효과와 노점 형성에 의해 나타나는 진동주파수 감소가 함께 반영되어 나타나게 된다. 저노점($< -30^\circ\text{CD.P}$) 측정의 경우에 노점형성에 따른 주파수 변화가 매우 약해져 온도변화에 따른 진동주파수 변화에 의한 효과를 엄밀하게 보정해주지 않으면 신호 대 잡음비(signal to noise)가 작아져 노점을 결정하는데 있어서 커다란 오차가 발생할 수 있게 된다. 본 연구에서 측정한 노점영역에서도 저노점 측정에서 나타나는 것 보다는 큰 값의 신호 대 잡음비를 가지고, 저노점 측정에서와 같은 심각한 영향을 주지는 않지만 정확한 노점을 측정하기 위해서는 온도효과에 의한 진동주파수의 변화는 반드시 보정이 이루어져야 한다. 온도효과보정을 위해 다양한 방법들이 시도되고 있지만^[7,12-14], 본 연구에서는 각개의 수정진동자가 가지는 진동주파수 특성곡선을 온도의 함수로 구하고 이를 이용해 수정진동자의 진동주파수 행동에서 온도효과를 보정하고자 하였다.

온도변화에 의한 수정진동자의 고유진동수 변화에 대한 특성곡선을 구하기 위해 그림 4와 같이 수정진동자 홀더온도를 변화시키면서 수정진동자의 고유진동수 변화곡선을 구하였다. 온도변화 영역은 본 연구에서 측정하고자 하는 노점영역의 범위 내에서 행해졌다($20^\circ\text{C} \sim -30^\circ\text{C}$). 또한 습공기를 흘려주며 노점을 측정할 때와 동일한 조건하에서 실험을 하였다. 다만 온도효과 보정곡선을 구할 때, 수정진동자 진동주파수의 온도에 따른 행동이 이슬형성에 의한 영향으로부터 자유로워질 수 있도록 노점 -60°C 의 건조공기를 1 l/min의 속도로 흘려주면서 실험했다. 그림 4-(a)에서 볼 수 있는 바와 같이 6회 반복 측정한 결과 재현성이 좋은 결과를 얻을 수 있었다. 홀더온도 보정곡선에서와 마찬가지로 수정진동자의 진동주파수의 온도의존성에 대한 특성곡선(characteristic curve)도 그림 4-(b)에서와 같이 반복 측정해서 얻은 데이터의 평균곡선을 구함으로써 얻을 수 있다. 이렇게 구해진 온도효과보정 곡선을 실제 노점측정 시 나타나는 진동주파수 패턴에서 온도효과 보정에 사용하였다.

3.3. 노점측정

전술한 바와 같이 본 연구에서는 분류식 습도발생장치를 이용해 발생시킨 습공기를 사용하였다. 발생된 습공기의 상대습도는 대략 10-90 %R.H. 값을 가지는데,

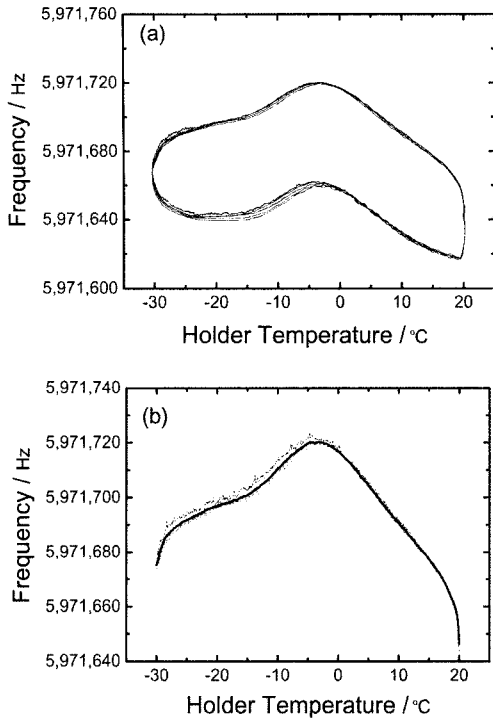


그림 4. 수정진동자의 진동주파수 온도효과 보정곡선: (a) 반복측정 곡선, (b) 반복측정 곡선으로부터 얻은 평균곡선

Fig. 4. Compensation curve for temperature effect on the resonant frequency of a quartz resonator: (a) curves from repeated measurements, (b) average curve.

이때 습도발생장치의 포화조(saturated chamber) 온도가 15 °C이기 때문에 이를 노점으로 환산을 하게 되면 -23~14 °C D.P.가 된다. 습도발생장치에서 발생한 습공기를 QCM센서를 포함하고 있는 플로우 셀로 1 l/min의 유속으로 유입시키면서 노점측정을 하였다.

앞 절에서 언급한 홀더온도 보정과 온도효과 보정을 통하여 노점을 측정하였으며, 홀더온도 보정곡선과 온도효과 보정곡선은 QCM센서의 수정진동자를 교체할 때마다 새로이 측정 한 후 보정에 사용하여 각각의 수정진동자 고유성질에 따른 오차를 최대한 감소시켜 주었다.

그림 5는 습공기의 노점을 측정하기 위해 수정진동자의 온도를 낮추면서 진동주파수를 측정한 데이터 (a)와 사용된 수정진동자에 대한 온도효과 보정곡선을 이용해 보정을 한 후의 데이터(b)를 보여주고 있다. X-축의 경우 앞에서 구한 홀더온도 보정식을 적용하여 수정진동자 금전극 표면의 온도로 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이 온도효과에 의한 수정진동자 진동

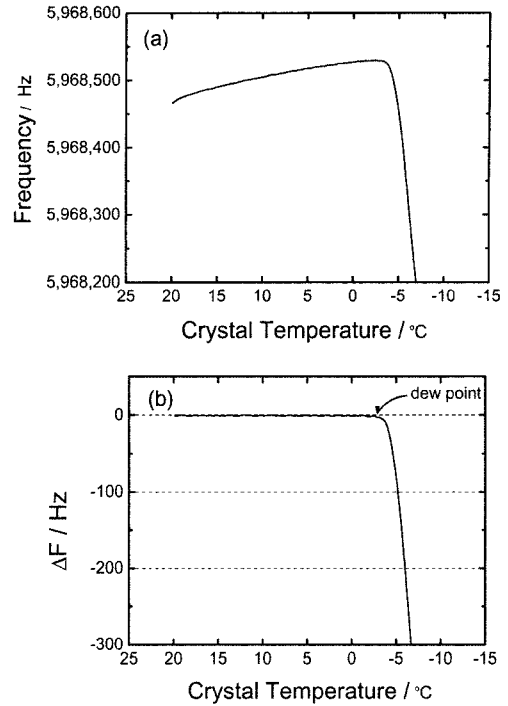


그림 5. 29.87 %R.H. 습공기에 대한 노점측정 시 수정진동자의 고유진동수의 변화: (a) 온도효과 보정 전과 (b) 온도효과 보정 후의 진동주파수 특성곡선

Fig. 5. Resonant frequency of the QCM sensor for the humid air of 29.87 %R.H.: characteristic frequency behavior as a function of crystal temperature (a) before and (b) after temperature effect compensation.

주파수의 변화를 효과적으로 보정한 결과, 매우 잘 정의되고 명확히 노점형성 현상을 표현하는 진동주파수 곡선(b)을 얻을 수 있었다. 수정진동자의 금전극 표면에 이슬이 형성되기 전에는 온도하강에 따른 진동주파수의 변화가 없다가 이슬이 생기는 순간 진동주파수가 갑자기 감소하는 경향성을 잘 보여주고 있다. 물론 이슬형태로 나타나기 전에도 수정진동자의 금전극 표면에는 공기 중에 존재하는 물분자들에 의해 열역학적 평형을 이루면서 매우 낮은 농도에서부터 높은 농도까지의 2차원 기체상(2D gas phase)을 이루고 있으나 제작된 QCM센서의 분해능에 의해 진동주파수의 패턴에는 영향을 주지 못하고, 이슬이 맺히기 직전에 미세하고 느린 진동주파수 감소현상을 보이다가 이슬이 생기는 순간(제작된 QCM센서가 충분히 감지할 수 있는 정도의 크기로 이슬이 형성되는 순간, 대략 1 ng/cm² 정도의 양) 그림 5-(b)에서 보는 바와 같이 급격히 진동주파수가 감소하게 된다. 그 후 계속되는 온도하강에

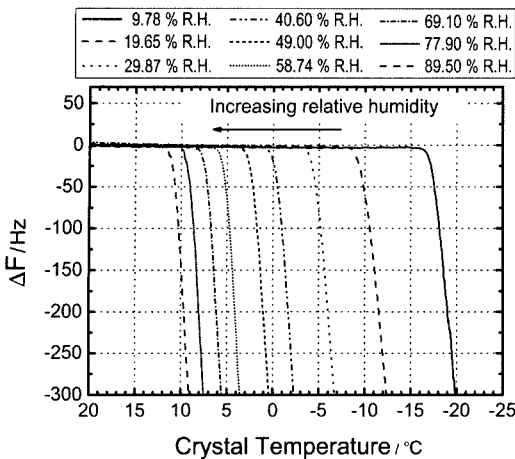


그림 6. 10 %R.H.~90 %R.H. 영역에서의 진동주파수 특성 곡선

Fig. 6. Characteristic curves of resonant frequency from 10 %R.H. to 90 %R.H.

의해 계속적으로 금전극 표면에 형성된 이슬의 크기와 개수가 증가하면서 금전극 표면에 흡착된 물분자의 전체 질량이 증가하게 되고, 이에 비례하여 진동주파수가 일정하게 감소하는 현상을 관측할 수가 있다. 본 연구에서 측정된 모든 노점영역에서 이와 같은 반응특성을 보이는 수경진동자의 진동주파수 특성곡선을 얻을 수 있었으며 그림 6에 잘 나타나 있다. 상대습도를 증가시킬수록 노점 또한 증가하기 때문에 그림 6에서 보는 바와 같이 높은 온도에서 노점이 형성됨을 볼 수 있다.

이와 같이 구해진 진동주파수 곡선에서 정확하게 노점을 정의하기 위해 각각의 특성곡선의 일차미분을 통해서 기울기가 갑자기 변하는 점을 노점이라고 정의하

였다. 이와 같이 측정된 노점을 표 1에 정리하였다. 표 1에서 기준값(reference value)은 분류식 습도발생장치에서 나오는 습공기의 상대습도를 교정받은 VAISALA사의 습도계로 측정된 상대습도 값(%R.H.)과 포화조의 온도를 교정받은 표준백금저항온도센서(SPRT)로 측정된 온도(T)를 이용해 아래의 식을 이용하여 노점온도 T_D 값을 구한 값이다.

$$\%R.H. = \frac{P_w(T)}{P_{ws}(T)} \times 100 = \frac{P_{ws}(T_D)}{P_{ws}(T)} \times 100 \quad (1)$$

여기에서 $P_{ws}(T_D)$ 와 $P_{ws}(T)$ 는 각각 습공기의 노점에서 포화수증기압과 포화조의 온도에서의 포화수증기압을 나타낸다. 표 1에서 기준값의 오차는 표준백금저항온도센서의 오차와 VAISALA 습도계의 보정식 사용에 따른 오차(포화수증기압 산출시 발생하는 오차)를 고려한 것으로 불확도와는 다른 개념임을 유념해야 한다. 측정값은 본 연구에서 제작한 QCM센서를 이용해서 측정된 노점이다. 여기에서 오차가 의미하는 것은 노점을 결정할 때 어느 정도의 정확도를 가지고 측정하는 지를 나타내는 값이다. 마찬가지로, 불확도와 같은 개념인 절대정확도를 의미하는 것은 아니다. 측정된 진동주파수 곡선으로부터 노점을 정의함에 있어 발생할 수 있는 오차의 크기를 수치화한 것이다. 노점을 측정하는 데까지 관여하는 측정불확도의 인자를 고려한 값은 아니다.

표 1에서 보는 바와 같이 제작된 QCM 노점센서를 이용해 측정된 노점은 전체 영역에 있어 $\pm 0.18^\circ\text{C}$ 이하의 오차값을 가지는 것을 확인할 수 있다. 또한 오차범위 내에서 기준값과 측정 결과가 잘 일치하는 결과를 얻을 수 있었다. 이러한 결과는 제작된 QCM 노점센서

표 1. QCM 노점센서에 의해 측정된 노점
Table 1. Dew points measured by QCM dew point sensor.

Relative humidity of humid air (%R.H.)	Reference value		Measured value	
	Dew point (°C)	Error	Dew point (°C)	Error
9.78	-14.90	± 0.20	-15.21	± 0.16
19.65	-7.10	± 0.10	-7.50	± 0.17
29.87	-2.20	± 0.10	-2.57	± 0.15
40.60	1.70	± 0.15	1.63	± 0.17
49.00	4.40	± 0.20	4.49	± 0.18
58.74	7.00	± 0.15	7.02	± 0.17
69.10	9.40	± 0.15	9.49	± 0.15
77.90	11.20	± 0.10	10.99	± 0.18
89.50	13.30	± 0.15	13.15	± 0.18

를 이용해 정확한 노점 측정이 가능할 뿐 아니라, 공기의 건구온도(dry bulb temperature)를 추가적으로 측정한다면 정확하고 손쉽게 상대습도를 구할 수 있음을 의미한다.

4. 결 론

본 연구에서는 자체 제작한 QCM 센서를 이용해 15 ~ -24 °CD.P의 측정범위를 가지는 노점센서를 제작하고 이를 이용한 노점측정기술을 개발하였다. QCM 노점센서를 제작하기 위해 수정진동자 홀더와 플로우 셀을 제작하였다. 펠티어 냉각소자를 이용해 수정진동자 홀더온도를 조절함으로써 수정진동자 금전극 표면온도를 20 °C에서 -30 °C 범위에서 효과적으로 조절하였다. 정확하고 안정적인 노점측정을 위해 홀더온도 보정곡선을 이용한 방법을 이용하였으며 이를 통해 수정진동자 금전극 표면의 온도를 정확히 조절하여 15.2 °C에서 -24.0 °C까지의 범위에서 노점을 측정할 수 있는 QCM 노점센서 기술을 개발하였다. 또한 수정진동자의 진동주파수의 온도에 따른 변화를 온도효과 보정곡선을 이용해 보정해 줌으로써 보다 정확하게 노점을 측정할 수 있었다. 실험데이터 분석을 통해 이번 연구에서 제작된 QCM 노점계가 노점을 측정함에 있어서 ±0.18 °C 이하의 정확도를 가지며 기준값과 오차범위 안에서 정확히 잘 일치함을 확인할 수가 있었다.

현재는 개발된 QCM 노점센서를 이용해 -90 °CD.P.까지 측정이 가능한 저노점 측정기술을 개발 중에 있으며, 측정불확도 분석 및 정확도를 ±0.1 °C 이하로 하는 연구가 계속 진행 중에 있다.

참고 문헌

- [1] Y. Sakai, M. Matsuguchi, and T. Hurokawa, "Humidity sensor using cross-linked poly(chloromethyl styrene)", *Sens. Actuators B*, vol. 66, pp. 135-138, 2000.
- [2] R. Anichisini, G. Faglia, M. C. Gallazzi, G. Sberveglier, and G. Zerbi, "Polyphosphazene membrane as a very sensitive resistive and capacitive humidity sensor", *Sens. Actuators B*, vol. 35-36, pp. 99-102, 1996.
- [3] T. E. Brook, M. N. Taib, and R. Narayanaswamy, "Extending the range of a fibre-optic relative-humidity sensor", *Sens. Actuators B*, vol. 38-39, pp. 272-276, 1997.
- [4] S. P. Lee and K. J. Park, "Humidity sensitive field effect transistors", *Sens. Actuators B*, vol. 35, pp. 80-84, 1996.
- [5] K. A. Vetelino, P. R. Story, R. D. Mileham, and D. W. Galipeau, "Improved dew point measurements based on a SAW sensor", *Sens. Actuators B*, vol. 35, pp. 91-98, 1996.
- [6] M. Neshkiva, R. Petrova, and V. Petrov, "Piezoelectric quartz crystal humidity sensor using chemically modified nitrated polystyrene as water sorbing coating", *Anal. Chim. Acta*, vol. 332, pp. 93-103, 1996.
- [7] F. P. Delannoy, B. Sorli, and A. Boyer, "Quartz crystal microbalance (QCM) used as humidity sensor", *Sens. Actuators B*, vol. 84, pp. 285-291, 2000.
- [8] L. X. Sun and T. Okada, "Simultaneous determination of the concentration of methanol and relative humidity based on a sing Nafion(Ag)-coated quartz crystal microbalance", *Anal. Chim. Acta*, vol. 421, pp. 83-92, 2000.
- [9] S. Mintova and T. Bein, "Nanosized zeolite films for vapor-sensing applications", *Micropor. Mesopor. Mater.*, vol. 50, pp. 159-166, 2001.
- [10] R. G. Wylie, D. K. Davies, and W. A. Caw, "The basic process of the dew point hygrometer" *Humidity and Moisture*, vol. 1, Reinhold, New York, 1965.
- [11] C. Lu and A. W. Czanderna, "Applications of piezoelectric quartz crystal microbalances", *Elsevier*, pp. 24, 1984.
- [12] A. Rahtu and M. Ritala, "Compensation of temperature effects in quartz crystal microbalance measurements", *Appl. Phys. Lett.*, vol. 80, pp. 521-523, 2002.
- [13] V. M. Mecea, J. O. Carlsson, P. Heszler, and M. Bartan, "Development and testing of a high temperature quartz crystal microbalance", *Vacuum*, vol. 46, pp. 691-694, 1995.
- [14] L. Niinisto, M. Ritala, and M. Leskela, "Synthesis of oxide thin films and overlayers by atomic layer epitaxy for advanced applications", *Mater. Sci. Eng. B*, vol. 41, pp. 23-29, 1996.

권 수 용

- 『센서학회지 제14권 제6호』 p. 401 참조
- 현재 한국표준과학연구원 기반표준부 온도/광도그룹 선임연구원

김 종 철

- 『센서학회지 제14권 제6호』 p. 401 참조
- 현재 한국표준과학연구원 기반표준부 온도/광도그룹 책임연구원

최 병 일

- 『센서학회지 제14권 제6호』 p. 401 참조
- 현재 한국표준과학연구원 기반표준부 온도/광도그룹 선임연구원