



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2011-0068293
(43) 공개일자 2011년06월22일

(51) Int. Cl.

G01N 27/12 (2006.01) B82B 3/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2009-0125174

(22) 출원일자 2009년12월16일

심사청구일자 2009년12월16일

(71) 출원인

충남대학교산학협력단

대전 유성구 궁동 220 충남대학교

(72) 발명자

이영석

대전광역시 유성구 전민동 464-1 엑스포 아파트
503동 1101호

이성규

대전광역시 대덕구 법동 유원아파트 4동 1107호
(뒷면에 계속)

(74) 대리인

이동희

전체 청구항 수 : 총 13 항

(54) 금속산화물 함유 다공성 나노섬유를 이용한 가스센서 및 이의 제조방법

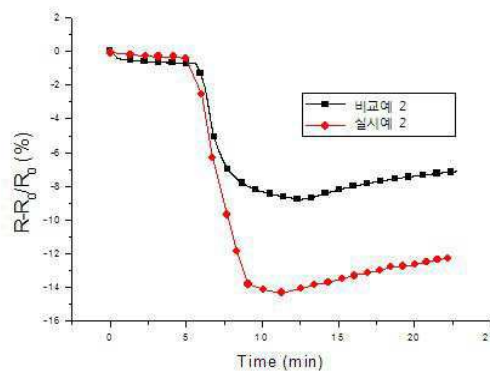
(57) 요약

금속산화물을 함유한 다공성 나노섬유를 이용하여 가스센서를 제조하는 방법 및 이에 따라 제조된 가스센서가 개시된다.

본 발명에 따른 가스센서의 제조방법은 (1) 폴리머 전구체와 용매를 혼합하는 단계; (2) 상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물에 금속산화물을 분산시키는 단계; (3) 상기 '단계 (2)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물을 전기방사하여 나노섬유를 제조하는 단계; (4) 상기 '단계 (3)'의 과정을 통하여 얻어진 나노섬유를 산화시키는 단계; (5) 상기 '단계 (4)'의 과정을 통하여 산화된 나노섬유를 탄화시키는 단계; (6) 상기 '단계 (5)'의 과정을 통하여 탄화된 나노섬유를 활성화시키는 단계; 및 (7) 상기 '단계 (6)'의 과정을 통하여 활성화된 나노섬유를 실리콘 웨이퍼 전극 사이에 증착시켜 가스센서를 제조하는 단계;를 포함하여 이루어진다.

본 발명에 의할 경우, 상온에서도 매우 높은 감도를 가지는 신뢰성 있는 가스센서를 제조할 수 있게 된다.

대표도 - 도6



(72) 발명자

강석창

대전광역시 동구 판암동 주공아파트 104동 207호

임지선

대전시 대덕구 중리동 243-49번지

특허청구의 범위

청구항 1

- (1) 폴리머 전구체와 용매를 혼합하는 단계;
- (2) 상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물에 금속산화물을 분산시키는 단계;
- (3) 상기 '단계 (2)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물을 전기방사하여 나노섬유를 제조하는 단계;
- (4) 상기 '단계 (3)'의 과정을 통하여 얻어진 나노섬유를 산화시키는 단계;
- (5) 상기 '단계 (4)'의 과정을 통하여 산화된 나노섬유를 탄화시키는 단계;
- (6) 상기 '단계 (5)'의 과정을 통하여 탄화된 나노섬유를 활성화시키는 단계; 및
- (7) 상기 '단계 (6)'의 과정을 통하여 활성화된 나노섬유를 실리콘 웨이퍼 전극 사이에 증착시켜 가스센서를 제조하는 단계;를 포함하여 이루어지는 나노섬유를 이용한 가스센서의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 '단계 (7)' 이후에 상기 '단계 (7)'의 과정을 통하여 얻어진 가스센서를 열처리하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 나노섬유를 이용한 가스센서의 제조방법.

청구항 3

상기 '단계 (2)'의 과정을 통하여 얻어지는 혼합물의 점도는 100 내지 500 cP 범위인 것을 특징으로 하는 나노섬유를 이용한 가스센서의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 '단계 (2)'의 상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물에 금속산화물을 분산시키는 단계에서, 상기 혼합물과 금속산화물의 혼합비는 상기 혼합물 100 중량부를 기준으로 하여 금속산화물 2 내지 10 중량부인 것을 특징으로 하는 나노섬유를 이용한 가스센서의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 '단계 (4)'의 산화시키는 과정은 1 내지 5℃/min의 속도로 승온시키고, 최종적으로 200 내지 300℃의 온도 범위에서 2 내지 5시간 동안 이루어지는 것을 특징으로 하는 나노섬유를 이용한 가스센서의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 '단계 (5)'의 탄화시키는 과정은 5 내지 10℃/min의 속도로 승온시키고, 최종적으로 800 내지 1,200℃의 온도범위에서 0.5 내지 2시간 동안 이루어지는 것을 특징으로 하는 나노섬유를 이용한 가스센서의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 '단계 (6)'의 활성화시키는 과정은 수산화칼륨 용액을 가하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 나노섬유를 이용한 가스센서의 제조방법.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 수산화칼륨 용액의 농도는 5 내지 10M 범위인 것을 특징으로 하는 나노섬유를 이용한 가스센서의 제조방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 '단계 (7)'의 가스센서를 제조하는 단계는 분산용액에 상기 '단계 (6)'의 과정을 통하여 얻어진 나노섬유를 분산시키고, 이를 실리콘 웨이퍼 전극 사이에 증착시켜 이루어지는 것을 특징으로 하는 나노섬유를 이용한 가스센서의 제조방법.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 분산용액은 에탄올, 메탄올, 아세톤, 디메틸포름아미드 및 이들의 혼합물로 이루어지는 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 나노섬유를 이용한 가스센서의 제조방법.

청구항 11

제9항에 있어서,

상기 분산용액에 분산되는 나노섬유의 비율은 분산용액 100 중량부를 기준으로 0.1 내지 3 중량부인 것을 특징으로 하는 나노섬유를 이용한 가스센서의 제조방법.

청구항 12

제2항에 있어서,

상기 열처리는 30 내지 80℃의 온도범위에서 0.1 내지 1시간 동안 이루어지는 것을 특징으로 하는 나노섬유를 이용한 가스센서의 제조방법.

청구항 13

제1항 내지 제12항의 어느 한 항의 방법에 의하여 제조된 가스센서.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 가스센서에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 금속산화물을 함유한 다공성 나노섬유를 이용하여 상온에서도 매우 높은 감도를 가지는 신뢰성 있는 가스센서를 제조하는 방법 및 상기 방법에 의하여 제조되는 가스센서에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 일반적으로 가스센서는 가스 분자의 흡착에 따라 전기전도도가 변화하는 특성을 이용하여 유해가스의 양을 측정하는 원리에 의해 작동된다. 가스센서로 많이 사용되어온 물질로는 SnO_2 와 같은 금속산화물 반도체, 고체 전해질 물질, 다양한 유기물질, 그리고 카본 블랙(carbon black)과 유기물의 복합체 등이 있다. 상기와 같은 물질을 이용하여 제조한 가스센서는 제한적으로 사용되는 등 여러 가지 문제점을 지니고 있다. 즉, 금속산화물 반도체나 고체 전해질을 이용하여 제조한 가스센서의 경우에는 200 내지 600℃ 혹은 그 이상의 온도로 가열을 하여야 센서의 동작이 정상적으로 이루어지고, 유기물질을 이용한 경우에는 전기전도도가 매우 낮으며, 카본 블랙과 유기물의 복합체를 이용한 경우에는 매우 낮은 감도(sensitivity)를 가진다는 문제가 있다. 또한 상기 물질을 이용하여 제조한 종래의 가스센서는 감응시간이 느리고, 회복속도도 매우 더디며, 가격 또한 비싸 일반적으로 사용되기에는 부적합하다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

[0003] 본 발명은 상술한 문제점을 해결하기 위하여 안출된 것으로서, 전기방사를 통하여 금속산화물을 함유한 나노섬유를 형성하고, 이를 다시 산화, 탄화 및 활성화시킨 후에 실리콘웨이퍼 전극 사이에 증착시킴으로써, 상온에서도 매우 높은 감도를 가지는 가스센서 및 이의 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제 해결수단

[0004] 상기한 목적을 달성하기 위하여 본 발명은 금속산화물을 함유한 나노섬유를 이용하여 가스센서를 제조하는 방법을 제공하는데, 본 발명에 따른 가스센서의 제조방법은,

- [0005] (1) 폴리머 전구체와 용매를 혼합하는 단계;
- [0006] (2) 상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물에 금속산화물을 분산시키는 단계;
- [0007] (3) 상기 '단계 (2)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물을 전기방사하여 나노섬유를 제조하는 단계;
- [0008] (4) 상기 '단계 (3)'의 과정을 통하여 얻어진 나노섬유를 산화시키는 단계;
- [0009] (5) 상기 '단계 (4)'의 과정을 통하여 산화된 나노섬유를 탄화시키는 단계;
- [0010] (6) 상기 '단계 (5)'의 과정을 통하여 탄화된 나노섬유를 활성화시키는 단계; 및
- [0011] (7) 상기 '단계 (6)'의 과정을 통하여 활성화된 나노섬유를 실리콘 웨이퍼 전극 사이에 증착시켜 가스센서를 제조하는 단계;를 포함하여 이루어진다.

[0012] 또한 본 발명은 상기 '단계 (7)' 이후에 상기 '단계 (7)'의 과정을 통하여 얻어진 가스센서를 열처리하는 단계를 더 포함할 수 있다. 상기 열처리는 30 내지 80℃의 온도범위에서 0.1 내지 1시간 동안 이루어지는 것이 바람직하다.

[0013] 상기 '단계 (2)'의 과정을 통하여 얻어지는 혼합물의 점도는 100 내지 500 cP 인 것이 바람직하다.

[0014] 상기 '단계 (2)'의 상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물에 금속산화물을 분산시키는 단계에서 상기 혼합물과 금속산화물의 혼합비는 상기 혼합물 100 중량부를 기준으로 하여 2 내지 10 중량부인 것이 바람직하다. 상기와 같이 일종의 촉매역할을 하는 금속산화물을 첨가함으로써 나노섬유의 활성이 증가하여, 민감도가 크고 응답성이 빠른 가스센서를 제조할 수 있게 된다.

- [0015] 상기 '단계 (4)'의 산화시키는 과정은 1 내지 5℃/min의 속도로 승온시키고, 최종적으로 200 내지 300℃의 온도 범위에서 2 내지 5시간 동안 이루어지는 것이 바람직하다.
- [0016] 상기 '단계 (5)'의 탄화시키는 과정은 5 내지 10℃/min의 속도로 승온시키고, 최종적으로 800 내지 1,200℃의 온도범위에서 0.5 내지 2시간 동안 이루어지는 것이 바람직하다.
- [0017] 상기 '단계 (6)'의 활성화시키는 과정은 수산화칼륨 용액을 가하여 이루어지며, 상기 수산화칼륨 용액의 농도는 5 내지 10M 범위인 것이 바람직하다.
- [0018] 상기 '단계 (7)'의 가스센서를 제조하는 단계는 분산용액에 상기 '단계 (6)'의 과정을 통하여 얻어진 나노섬유를 분산시키고, 이를 실리콘 웨이퍼 전극 사이에 증착시켜 이루어지며, 상기 분산용액에 분산되는 나노섬유는 분산용액 100 중량부를 기준으로 0.1 내지 3 중량부인 것이 바람직하다.
- [0019] 또한 본 발명은 상기 방법에 의하여 제조된 가스센서를 제공한다.

효 과

- [0020] 상술한 바와 같은 본 발명에 의할 경우, 전기방사를 통하여 금속산화물을 함유한 나노섬유를 형성하고, 이를 다시 산화, 탄화 및 활성화시킨 후에 실리콘웨이퍼 전극 사이에 증착시킴으로써, 상온에서도 매우 높은 감도를 가지는 신뢰성 있는 가스센서를 제조할 수 있게 된다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- [0021] 본 발명은 금속산화물을 함유한 나노섬유를 이용하여 제조된 가스센서 및 이의 제조방법을 제공한다. 도 1은 본 발명의 실시예에 따라 제조된 가스센서의 모식도를 나타낸 것이다. 도시된 바와 같이 본 발명에 따른 가스센서는 실리콘 웨이퍼 전극 사이에 금속산화물을 함유한 다공성 나노섬유가 고르게 분포하는 형상을 가진다.
- [0022] 이하 본 발명을 상세히 설명한다.
- [0023] 먼저 본 발명은 금속산화물을 함유하고 있는 다공성 나노섬유를 이용하여 가스센서를 제조하는 방법을 제공하는데, 본 발명에 따른 가스센서의 제조방법은,
- [0024] (1) 폴리머 전구체와 용매를 혼합하는 단계;
- [0025] (2) 상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물에 금속산화물을 분산시키는 단계;
- [0026] (3) 상기 '단계 (2)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물을 전기방사하여 나노섬유를 제조하는 단계;
- [0027] (4) 상기 '단계 (3)'의 과정을 통하여 얻어진 나노섬유를 산화시키는 단계;
- [0028] (5) 상기 '단계 (4)'의 과정을 통하여 산화된 나노섬유를 탄화시키는 단계;
- [0029] (6) 상기 '단계 (5)'의 과정을 통하여 탄화된 나노섬유를 활성화시키는 단계; 및
- [0030] (7) 상기 '단계 (6)'의 과정을 통하여 활성화된 나노섬유를 실리콘 웨이퍼 전극 사이에 증착시켜 가스센서를 제조하는 단계;를 포함하여 이루어진다.
- [0031] 상기 단계 (1)'에서 사용되는 폴리머 전구체는 탄소로 변환 가능한 재료라면 어느 것을 사용하여도 무방하다. 구체적인 예를 들어보면 석유계 핏치, 석탄계 핏치, 폴리이미드, 폴리벤즈이미다졸, 폴리아크릴로니트릴, 폴리아라미드, 폴리아닐린, 메조페이스 핏치, 푸르프릴 알콜, 페놀, 셀룰로오스, 수크로오스, 폴리비닐 클로라이드 및 이들의 혼합물로 구성되는 군으로부터 선택될 수 있다.
- [0032] 상기 '단계 (1)'에서 사용되는 용매는 상기 폴리머 전구체를 용해시키는 것이라면 어느 것을 사용하여도 무방하며, 예를 들어보면, 디메틸포름아마이드, 클로로포름, N-메틸피롤리돈테트라하이드로퓨란, 황산, 질산, 아세트산, 염산, 암모니아, 증류수 및 이들의 혼합물로 구성되는 군으로부터 선택될 수 있다.
- [0033] 상기 '단계 (2)'에서 사용되는 금속산화물에는 특별한 제한이 없으며, 일반적으로 알려진 금속산화물이 모두 사용가능하다.

- [0034] 상기 '단계 (2)'의 과정을 통하여 얻어지는 혼합물의 점도는 100 내지 500 cP 인 것이 바람직하다. '단계 (2)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물은 다음 단계에서 도 2에 모식도를 나타낸 전기방사 장치를 이용하여 전기방사를 하게 된다. 도시한 전기방사 장치는 일반적으로 사용되는 것으로서, 이의 동작을 간략히 설명하면 다음과 같다. 도 2에 나타낸 바와 같이 전기방사 장치는 정량펌프(1), 전압발생장치(2), 집속기(3) 및 방사기(4)를 포함하여 이루어진다. 먼저 정량펌프(1)를 통하여 용액이 방사기(4)로 주입되고 방사기(4)를 통하여 방사된 용액은 회전하는 집속기(3)에 의하여 집속된다. 전압발생장치(2)는 필요한 전압을 인가하게 된다. 즉, 상기 '단계 (2)'를 통하여 얻어진 혼합물은 방사기를 통하여 방사되는데, 혼합물의 점도가 500 cP를 초과하는 경우에는 고분자 상호간의 응집력에 의하여 방사기 노즐이 막혀 원활한 방사가 이루어지지 않는 문제가 발생할 수 있게 된다. 또한 혼합물의 점도가 100 cP 미만일 경우에는 너무 낮은 점도로 인하여 일정한 형상을 갖지 못하는 문제점이 있어 바람직하지 않다.
- [0035] 상기 '단계 (2)'의 상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물에 금속산화물을 분산시키는 단계에서 상기 혼합물과 금속산화물의 혼합비는 상기 혼합물 100 중량부를 기준으로 하여 금속 산화물 2 내지 10 중량부가 혼합되는 것이 바람직하다. 금속산화물의 혼합비가 2 중량부 미만일 경우에는 제조된 나노섬유의 활성이 금속산화물을 혼합하지 않은 경우와 별반 다르지 않기 때문에 바람직하지 않고, 금속산화물이 10 중량부를 초과할 경우에는 상기 '단계 (1)'의 과정을 통하여 얻어진 혼합물에 금속산화물을 분산하는 것이 어렵기 때문에 바람직하지 않다.
- [0036] 상기 '단계 (3)'에서 이루어지는 혼합물을 전기방사하여 나노섬유를 제조하는 것은 도 2에 모식도를 나타낸 것과 같은 장치를 이용하여 통상의 전기방사법으로 이루어진다.
- [0037] 상기 '단계 (4)'의 산화시키는 과정은 1 내지 5℃/min의 속도로 승온시키고, 최종적으로 200 내지 300℃의 온도범위에서 2 내지 5시간 동안 이루어지는 것이 바람직하다. 상기 산화시키는 과정에서 승온속도를 1℃/min 보다 느리게 하는 경우에는 느린 반응속도로 인하여 산소와 탄소가 반응하여 일어나는 고리화반응이 원활하게 이루어지지 않게 되고, 또한 섬유 수율을 떨어뜨리게 된다. 승온속도를 5℃/min 보다 빠르게 하는 경우에는 빠른 반응속도로 인하여 섬유 형성이 불안정하게 이루어져, 다음 단계의 탄화시 나노섬유가 녹거나 유리전이 되어 섬유 형태를 유지할 수 없게 된다. 최종적으로 산화시키는 온도가 200℃ 미만일 경우에는 산화반응이 불완전하게 이루어져 다음 단계의 탄화시 나노섬유가 녹거나 유리전이 되어 섬유 형태를 유지할 수 없고, 탄소 원자 간의 축합반응 또한 원활하게 이루어지지 않게 된다. 산화시키는 온도가 300℃를 초과할 경우에는 높은 산화 온도로 인하여 빠른속도의 반응이 유발되고, 이에 따라 과산화 상태의 탄소-산소 결합반응으로 인하여 고리화반응이 원활하게 이루어지지 않는다. 산화시키는 시간이 2시간 미만일 경우에는 상기 최종적으로 산화시키는 온도가 200℃ 미만일 경우와 동일한 현상이 발생하고, 산화시키는 시간이 5시간을 초과할 경우에는 산화시키는 시간이 5시간인 경우와 다른 점이 없으며, 불필요한 반응이 일어나게 된다.
- [0038] 상기 '단계 (5)'의 탄화시키는 과정은 5 내지 10℃/min의 속도로 승온시키고, 최종적으로 800 내지 1,200℃의 온도범위에서 0.5 내지 2시간 동안 이루어지는 것이 바람직하다. 상기 탄화시키는 과정을 5℃/min 보다 느리게 승온시켜 진행하는 경우와 1,200℃를 초과하는 높은 온도에서 진행하는 경우에는 반응시간이 길어짐과 더불어 에너지 소모가 많아지는 단점이 있다. 승온속도를 10℃/min 보다 빠르게 하는 경우에는 휘발이 많이 일어나는 문제점이 있어 나노섬유의 수율이 낮아지게 된다. 또한 800℃ 미만의 온도에서 탄화시키는 경우에는 탄화가 완전하게 이루어지지 않을 가능성이 있어 바람직하지 않다. 탄화시키는 시간이 0.5시간 미만일 경우에는 탄화가 충분히 이루어지지 않게 되고, 탄화시키는 시간이 5시간을 초과할 경우에는 5시간인 경우와 다른 점이 없고, 불필요한 반응이 발생하게 되어 바람직하지 않다.
- [0039] 상기 '단계 (6)'의 활성화시키는 과정은 수산화칼륨 용액을 가하여 이루어지며, 상기 수산화칼륨 용액의 농도는 5 내지 10M 범위인 것이 바람직하다. 수산화칼륨 용액의 농도가 5M 미만일 경우에는 활성화가 충분히 이루어지지 않고, 10M을 초과할 경우에는 10M인 경우와 큰 차이가 없으므로 실익이 없다.
- [0040] 상기 '단계 (7)'의 가스센서를 제조하는 단계는 분산용액에 상기 '단계 (6)'의 과정을 통하여 얻어진 나노섬유를 분산시키고, 이를 실리콘 웨이퍼 전극 사이에 증착시켜 이루어진다. 상기 분산용액으로는 다양한 용액이 선택될 수 있으며, 예를 들면 에탄올, 메탄올, 아세톤, 디메틸포름아미드 및 이들의 혼합물로 이루어지는 군으로부터 선택될 수 있다. 상기 분산용액에 분산되는 나노섬유의 비율은 분산용액 100 중량부를 기준으로 0.1 내지 3 중량부인 것이 바람직하다. 나노섬유의 비율이 0.1 중량부 미만일 경우에는 실리콘웨이퍼 전극 사이에 나노섬유가 균일하게 분포하지 않을 우려가 있고, 3 중량부를 초과할 경우에는 분산이 어려울 수 있어 바람직하지 않다. 가스센서를 제조하는 본 단계의 일례를 조금 더 설명하면 하기와 같다. 상기 '단계 (6)'의 과정을 통하

여 얻어진 나노섬유를 곱게 그라인딩하여 의도하는 비율당하여 의분산용액에 고르게 분산시킨다. 다음으로 나노섬유가 분산된 용액을 와이어 연결부분에 파라 필름 등이 부착된 실리콘 웨이퍼 상에 증착시키게 된다. 증착은 진공증착법, 스핀코팅법, 스프레이 분사법 등 다양한 방법에 의하여 이루어질 수 있다.

[0041] 또한 본 발명은 상기 '단계 (7)' 이후에 상기 '단계 (7)'의 과정을 통하여 얻어진 가스센서를 열처리하는 단계를 더 포함할 수 있다. 상기 열처리는 30 내지 80℃의 온도범위에서 0.1 내지 1시간 동안 이루어지는 것이 바람직하다. 상기 열처리 온도가 30℃ 미만일 경우에는 분산용액이 쉽게 증발되지 않을 우려가 있고, 80℃를 초과할 경우에는 와이어 연결부분 등을 보호하기 위하여 사용된 파라 필름 등이 녹는 등의 문제가 발생할 수 있어 바람직하지 않다. 또한 열처리 시간이 0.1시간 미만일 경우에는 분산용액이 쉽게 증발되지 않을 우려가 있고, 1시간을 초과할 경우에는 1시간 경우와 큰 차이가 없다.

[0042] 또한 본 발명은 상기 방법에 의하여 제조된 가스센서를 제공한다.

[0043] 이하 실시예에 의하여 본 발명을 더욱 상세히 설명한다.

[0044] 실시예 1 : 금속산화물(산화아연)을 함유한 다공성 나노섬유의 제조

[0045] 폴리아크릴로니트릴을 디메틸포름아미드에 용해시켜 혼합액을 제조하고, 상기 혼합액에 상기 혼합액 100 중량부 기준으로 6.7 중량부의 산화아연(ZnO)을 분산시켰다. 상기 과정에 의하여 제조된 산화아연이 분산된 혼합액의 점도는 160 cP로 맞추었다.

[0046] 상기 혼합액을 전기방사 하여 나노섬유를 제조하였다. 전기방사 조건은 전압 17kV, 집속기와 주사기 팁과의 거리(TCD) 12cm, 펌프 유속 2.0ml/h, 집속기 회전속도 200rpm이었다.

[0047] 상기와 같이 전기방사를 통하여 제조된 나노섬유를 2℃/min의 속도로 승온시켜 최종적으로 250℃에서 3시간 동안 산화시켰다.

[0048] 상기 산화과정을 거친 나노섬유를 7℃/min의 속도로 승온시켜 최종적으로 1,050℃에서 1시간 동안 탄화하였다. 탄화시 불활성 기체로 질소 가스를 20cc/min의 속도로 주입하였다.

[0049] 상기와 같이 탄화과정을 거친 나노섬유를 8M의 수산화칼륨 용액에 담가 1시간 동안 셰이킹한 후 활성화시켰다. 활성화는 750℃에서 3시간 동안 실시되었다.

[0050] 비교예 1 : 나노섬유의 제조

[0051] 폴리아크릴로니트릴을 점도가 160 cP가 될 때까지 디메틸포름아미드에 용해하여 혼합액을 제조하였다. 이하의 과정은 상기 실시예 1과 동일하게 하여 나노섬유를 제조하였다.

[0052] 비표면적 특성 분석

[0053] 상기 실시예 1 및 비교예 1에 따른 나노섬유의 비표면적 특성을 분석하여 이의 결과를 도 3에 나타내었다. 본 실시예 1에 의한 나노섬유는 1,305m²/g의 비표면적을 가지고 있으며, 이중 미세기공(micropore)에 의한 표면적은 전체 비표면적 대비 62%이었다. 비교예 1에 의한 나노섬유는 1,741m²/g의 비표면적을 가지고 있으며, 이중 미세기공(micropore)에 의한 표면적은 전체 비표면적 대비 각각 64%이었다. 즉, 본 실시예에 의한 나노섬유는 비교예와 비교하였을때 전체 비표면적은 약 25%, 미세기공에 의한 표면적은 3%가 감소하였음을 알 수 있었다.

[0054] 실시예 2 : 금속산화물(산화아연) 함유 다공성 나노섬유를 이용한 가스센서의 제조

[0055] 상기 실시예 1에 의하여 제조된 나노섬유를 막자사발에 곱게 갈아서 디메틸포름아미드에 분산시켰다. 분산은 디메틸포름아미드 100 중량부 기준으로 나노섬유 2 중량부의 비율로 행하였다.

[0056] 상기 과정을 거쳐 형성된 혼합액을 실리콘 웨이퍼 위에 떨어뜨리고, 900rpm의 회전속도로 4분간 스핀코팅하여 가스센서를 제조하였다.

- [0057] 최종적으로 상기 과정을 거쳐 제조된 나노섬유가 증착된 가스센서를 핫플레이트 상에 올려놓고 40℃에서 0.5시간 동안 열처리하였다.
- [0058] 비교예 2 : 나노섬유를 이용한 가스센서의 제조
- [0059] 상기 비교예 1에 의하여 제조된 나노섬유를 막자사발에 곱게 갈아서 디메틸포름아미드에 분산시켰다. 분산은 디메틸포름아미드 100 중량부 기준으로 나노섬유 2 중량부의 비율로 행하였으며, 이하의 과정은 상기 실시예 2와 동일하게 하여 가스센서를 제조하였다.
- [0060] 표면특성
- [0061] 상기 실시예 2에 따라 제조된 가스센서의 표면특성을 알아보기 위하여 주사전자현미경(SEM; scanning electron microscope) 이미지를 촬영하여 도 4에 나타내었다. 도면에 나타나듯이 산화아연을 함유한 다공성 나노섬유가 실리콘 웨이퍼 상에 고르게 증착되었음을 확인할 수 있었다.
- [0062] 가스 감응 특성
- [0063] 다음으로 상기 실시예 2 및 비교예 2에 따라 제조된 가스센서의 가스 감응 특성을 측정하고 이를 평가하였다. 가스 감응 특성을 평가하기 위한 장치의 모식도를 도 5에 나타내었다. 가스 감응 특성을 평가하기에 앞서 각각 80℃에서 0.5시간 동안 수분을 증발시키기 위한 전처리를 하였다. 가스 감응 특성은 도 5에 도시된 장치를 이용하여 25℃의 온도(상온)에서 NO 가스를 50ppm의 농도로 주입하여 측정하였고, 측정된 결과값을 도 6에 나타내었다. 도시된 바와 같이 실시예 2에 의한 NO 가스의 감응특성에 따른 가스센서의 민감도를 나타내는 저항 변화율은 약 -13.5% 이었으며, 비교예 2에 의한 NO 가스의 감응특성에 따른 가스센서의 민감도를 나타내는 저항 변화율은 약 -9% 이었다.
- [0064] 도 6에 도시된 그래프의 X축은 측정시간을 나타내고, Y축은 저항 변화율을 나타내는데, 도시된 바와 같이 실시예 2에 의한 가스센서는 N₂가스 분위기에서 저항이 안정화 되는 데에는 약 4.5 내지 5분이 소요되고, 50ppm의 NO가스에 대하여 저항변화율이 한계치에 도달하는 데에는 약 4.5 내지 5분이 소요된다. 반면 비교예 2에 의한 가스센서는 N₂가스 분위기에서 저항이 안정화 되는 데에는 약 5 내지 6분이 소요되고, 50ppm의 NO가스에 대하여 저항변화율이 한계치에 도달하는 데에는 약 6 내지 7분이 소요됨을 알 수 있다.
- [0065] 본 발명의 실시예에 의한 가스센서는 비교예에 의한 가스센서에 비하여 비표면적이 작음에도 불구하고, 상온에서 더 높은 저항변화율과 더 짧은 응답시간을 보임을 알 수 있다. 이는 본 발명의 실시예에 따라 제조된 가스센서에 포함된 금속산화물이 일종의 촉매역할을 하여 나노섬유의 활성을 증가시킴에 기인한 것으로 판단된다.
- [0066] 이로부터 본 발명에 의한 가스센서는 상온에서 응답시간이 짧고 높은 저항변화율을 보이는 것을 확인할 수 있었다. 즉, 본 발명에 의한 가스센서는 상온에서도 높은 감도를 가지는 것을 확인할 수 있었다.
- [0067] 본 발명은 상기한 실시예와 첨부한 도면을 참조하여 설명되었지만, 본 발명의 개념 및 범위 내에서 상이한 실시예를 구성할 수도 있다. 따라서 본 발명의 범위는 첨부된 청구범위 및 이와 균등한 것들에 의해 정해지며, 본 명세서에 기재된 특정 실시예에 의해 한정되지는 않는다.

도면의 간단한 설명

- [0068] 도 1은 본 발명의 실시예에 따라 제조된 가스센서의 모식도이다.
- [0069] 도 2는 나노섬유를 제조하기 위한 전기방사장치의 모식도이다.
- [0070] 도 3은 본 발명의 실시예 1 및 비교예 1에 의하여 제조된 나노섬유의 기공도를 확인하기 위한 질소흡착등온선이다.
- [0071] 도 4는 본 발명의 실시예에 의하여 제조된 가스센서의 표면특성을 알아보기 위하여 촬영한 주사전자현미경(SEM;

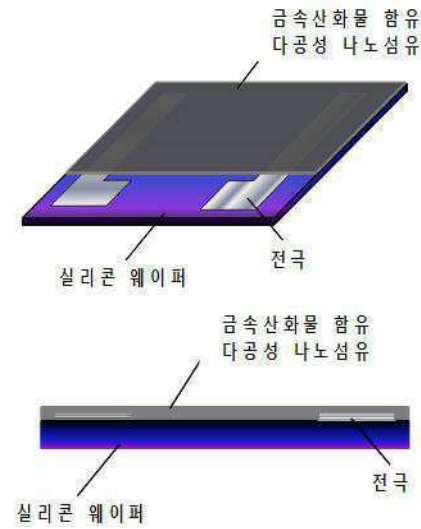
scanning electron microscope) 이미지이다.

[0072] 도 5는 가스감응 특성을 측정하기 위한 장치의 개략도이다.

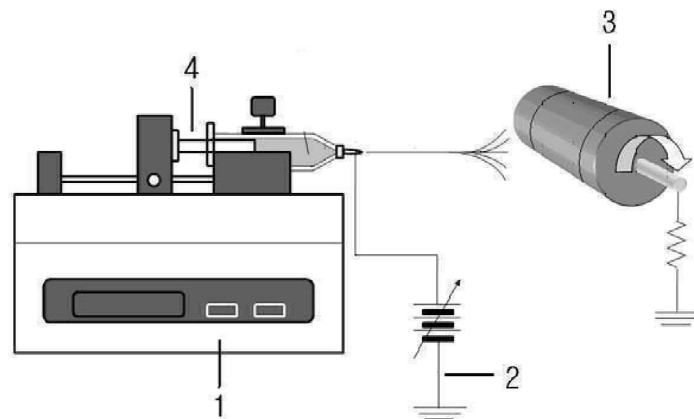
[0073] 도 6은 본 발명의 실시예 2 및 비교예 2에 의하여 제조된 가스센서의 NO 가스에 대한 감응특성을 도시한 그래프이다.

도면

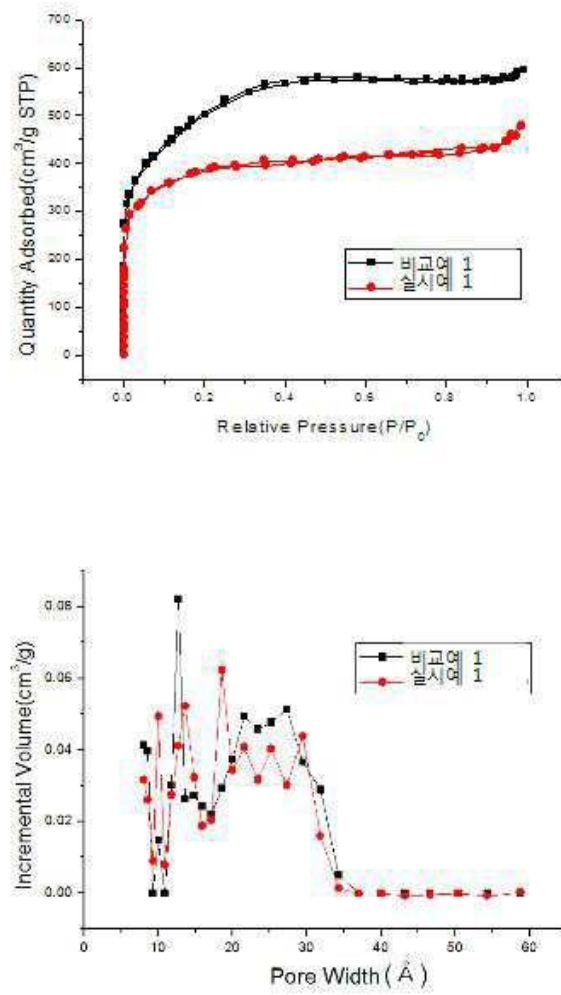
도면1



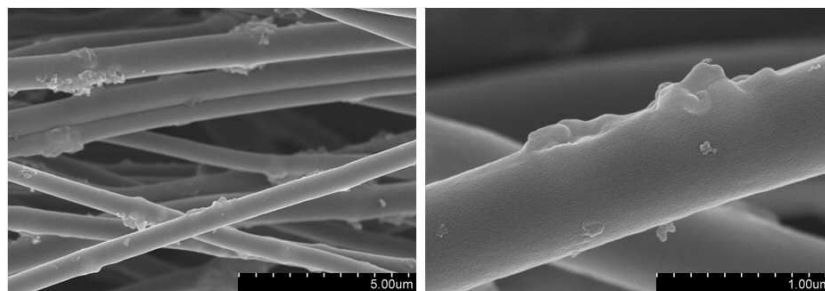
도면2



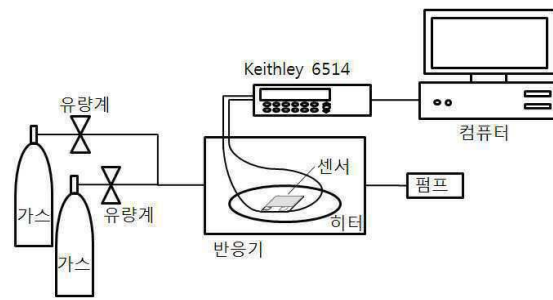
도면3



도면4



도면5



도면6

