(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2021-0061653
(43) 공개일자 2021년05월28일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 27/12 (2006.01) *G01N 21/75* (2006.01)
G01N 27/30 (2006.01)
(52) CPC특허분류
G01N 27/12 (2013.01)
G01N 21/75 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-0149464
(22) 출원일자 2019년11월20일
심사청구일자 2021년01월20일

(71) 출원인
서강대학교산학협력단
서울특별시 마포구 백범로 35 (신수동, 서강대학교)
(72) 발명자
윤광석
서울특별시 서초구 잠원동 신반포로23길 41 (신반포2차아파트) 109동 106호
김상훈
서울특별시 노원구 공릉로58길 176, 101동 1504호(하계동, 우방아파트)
(74) 대리인
신진현

전체 청구항 수 : 총 4 항

(54) 발명의 명칭 **나노 구조의 NiCoO 및 팔라듐 나노필름을 이용한 수소 센서**

(57) 요 약

본 명세서에서 개시하는 기술은 Pd나노 구조를 형성하기 위하여, 상대적으로 쉽게 나노 구조 형성이 가능한 니켈 코발트산화물 (NiCoO)을 이용한다.

본 명세서에서 개시하는 기술은 NiCoO를 수열합성법을 이용한다.

본 명세서에서 개시하는 기술은 NiCoO 나노 구조의 표면에 반도체 증착법을 이용한 나노 두께의 Pd 막을 증착한다

(52) CPC특허분류
G01N 27/30 (2013.01)
G01N 27/416 (2021.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711075728
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	정보통신기획평가원
연구사업명	대학ICT연구센터지원사업
연구과제명	인공지능 서비스 실현을 위한 지능형 반도체 설계 핵심기술 개발
기 여 율	1/1
과제수행기관명	서강대학교산학협력단
연구기간	2018.06.01 ~ 2021.12.31

청구범위유예 : 있음

명 세 서

청구범위

청구항 1

기판;

상기 기판 상에 패턴화된 센서 전극;

상기 기판 상에 열수 공정으로 성장된 나노 니들; 및

상기 나노 니들의 표면에 반도체 증착법으로 증착되는 금속박막을 포함하는 나노 구조의 NiCoO 및 팔라듐 나노필름을 이용한 수소 센서.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 나노 니들은 열수 공정으로 성장된 니켈코발트산화물을 포함하는 나노 구조의 NiCoO 및 팔라듐 나노필름을 이용한 수소 센서.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 기판은 유리 기판을 포함하며,

상기 센서 전극은 상기 기판에 금을 패턴화하여 마련되며,

상기 니켈코발트산화물은 NiCo2O4 나노 니들 포레스트를 포함 하는 나노 구조의 NiCoO 및 팔라듐 나노필름을 이용한 수소 센서.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 금속박막은 스퍼터링으로 증착되는 팔라듐 박막을 포함하는 나노 구조의 NiCoO 및 팔라듐 나노필름을 이용한 수소 센서.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 명세서에서 개시하는 기술은 수소 센서에 관한 것으로, 상세하게는 나노 구조의 NiCoO 및 팔라듐 나노필름을 이용한 수소 센서에 관한 것이다. 본 명세서에서 개시하는 기술은 IITP(정보 통신 기술 진흥원)가 주관하는 ITRC(Information Technology Research Center)지원 프로그램(IITP-2018-0-01421)에 따라 대한민국 과학 기술 정보 통신부 (ITC)와 한국 전력 공사 (R18XA06-53)가 지원하였다.

배 경 기 술

[0002] 본 명세서에서 개시하는 기술은 수소 센서에 관한 것으로, 종래의 수소 센서는 다양한 방법으로 제조된 것이 실시되고 있는 실정이다.

[0003] 팔라듐(Pd)은 수소 이온을 위한 매우 선택적인 물질이며 반응성이 우수한 대표적인 금속입니다. 2000년대에 MEMS 공정의 발전과 함께 마이크로 나노 스케일 팔라듐 구조를 사용하는 수소 가스 센서가 보고되었다. 결과적으로, 감도 및 반응 속도와 같은 가스 센서로서 중요한 파라미터의 수치는 종래의 Pd의 벌크 또는 박막에 비해 개선된다.

[0004] 그러나 Pd 나노 구조체의 형성은 고가의 공정 및 시간 소모적인 노력으로 여겨진다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본 명세서에서 개시하는 기술은 감도 및 반응성을 높이기 위하여 나노 구조의 감응막 형성을 통하여 실질적인 표면적을 넓히는 것을 과제로 한다.

[0006] 본 명세서에서 개시하는 기술은 낮은 비용과 공정이 손쉬운 수소 센서를 제작할 수 있는 것을 과제로 한다.

과제의 해결 수단

[0007] 본 명세서에서 개시하는 기술은 Pd나노 구조를 형성하기 위하여, 상대적으로 쉽게 나노 구조 형성이 가능한 니켈코발트산화물 (NiCoO)을 이용한다.

[0008] 본 명세서에서 개시하는 기술은 NiCoO를 수열합성법을 이용한다.

[0009] 본 명세서에서 개시하는 기술은 NiCoO 나노 구조의 표면에 반도체 증착법을 이용한 나노 두께의 Pd 막을 증착한다.

발명의 효과

[0010] 본 명세서에서 개시하는 기술은 감도 및 반응성을 높이기 위하여 나노 구조의 감응막 형성을 통하여 실질적인 표면적을 넓힐 수 있다.

[0011] 본 명세서에서 개시하는 기술은 낮은 비용과 공정이 손쉬운 수소 센서를 제작할 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0012] 본 명세서에서 개시하는 기술은 나노 구조의 NiCoO 및 팔라듐 나노필름을 이용한 수소 센서에 관한 것으로, 나노 구조 팔라듐(Pd)은 넓은 표면적으로 인해 수소의 민감한 검출에 유리하다. 그러나, Pd 나노 구조의 형성은 쉽지 않지만 비싸고 복잡한 공정이 필요하다.

[0013] 본 명세서에서 개시하는 기술은 나노 바늘의 열수성장과 수소 가스 센서에의 적용을 제안한다. 이러한 방식으로, 길이 및 직경과 같은 나노 구조의 물리적 파라미터는 열수 공정 동안 쉽게 제어될 수 있다. 또한, 수소 가스가 얇은 Pd 층으로 쉽게 흡수되어 전도도의 빠르고 급격한 변화를 초래할 수 있기 때문에 빠른 응답 시간 및 높은 감도가 얻어질 수 있다.

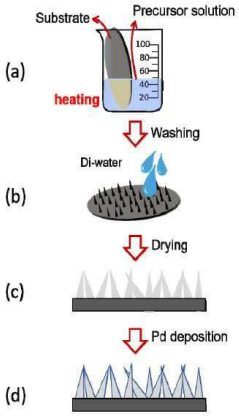
[0014] 본 명세서에서 개시하는 기술은 NiCo2O4 나노 니들 구조에 Pd의 간단한 증착에 의해 나노 구조화된 Pd 박막으로 만들어진 수소 가스 센서를 제안했다.

[0015] 제조된 나노 구조는 수소 가스 센서로 사용될 수 있도록 성장 인자를 제어함으로써 최적화되었다.

[0016] 센서의 전극은 MEMS 공정을 사용하여 유리 기판 상에 금으로 패턴화된다. 그 후, 도 1 (a-c)에 도시된 바와 같이, NiCo2O4 나노 니들 포레스트는 다양한 전구체 조합으로 기판에서 열 수법을 사용하여 성장되었다.

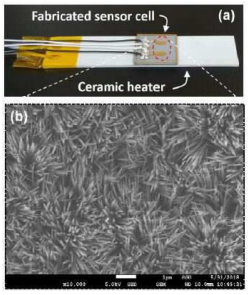
[0017] 마지막으로, 도 1 (d)에 도시 된 바와 같이, 스퍼터링을 수행하여 나노-니들 포레스트의 전체 표면 상에 10nm Pd 박막을 증착시켰다.

[0018] 마지막으로, 감지 영역을 제외한 구조를 제거하기 위해 리프트 오프가 수행됩니다. 나노-니들의 직경, 길이 및 밀도는 열 수법에서의 전구체의 농도 및 성장 시간에 의해 제어되었다.

[0019] 

[0020] <그림 1 : (a-c) NiCo2O4 나노 니들 포레스트 성장을위한 열수 합성, (d) Pd는 성장 된 NiCo2O4 나노 구조를 수소 가스 센서로 활용하기 위해 코팅되었습니다.>

[0021] 실험결과

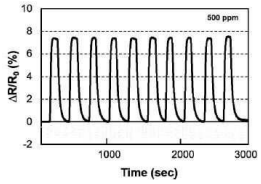
[0022] 

[0023] <그림 2 : (a) 제조 된 장치, (b) 다양한 전구체 농도를 갖는 성장 된 나노-니들 어레이의 SEM 이미지.>

[0024] 도 2 (a)는 실험을 위한 세라믹 히터가 있는 가스 센서의 사진이다.

[0025] 그리고 그림 2 (b)는 감지 영역에 팔라듐이 증착된 나노 구조의 SEM 이미지를 보여준다.

[0026] 바늘의 직경 및 밀도는 전구체 용액의 농도에 따라 변하였다. 전구체 용액의 농도가 증가함에 따라, 나노 니들의 직경이 작아지고, 산림의 밀도는 훨씬 치밀해진다. 실험적으로 나노 니들 직경이 작고 산림 밀도가 치밀할수록 가스 센서의 응답 속도와 감도가 가장 좋은 결과를 보여줍니다.

[0027] 

[0028] <그림 3 : 수소 가스에서 NiCo2O4 나노 니들 포레스트를 사용한 제작 된 센서의 반응. 농도는 500 ppm의 농도로 반복적으로 반복하여 제어되었다.>

[0029] 그림 3은 수소 가스에 대한 제 된 가스 센서의 반응을 보여줍니다. 수소 가스의 농도는 0 내지 500ppm으로 반복적으로 제어되었다. 수소 가스의 농도가 변함에 따라 센서의 출력이 실시간으로 변하는 것이 확인되었다. 또한 응답 시간과 복구 시간은 센서 온도에 따라 다릅니다.

[0030] 본 명세서에서 개시하는 기술은 나노 니들의 수열 성장과 수소 가스 센서에의 응용을 제안하였다.

[0031] 본 명세서에서 개시하는 기술은 팔라듐 나노 구조를 사용하는 종래의 수소 가스 센서보다 열화되지 않은 빠른 반응 속도 및 센서 감도를 보여 주었다. 실온에서 작동 할뿐만 아니라 응답 및 복구 속도가 빠릅니다.