

Q.C.A./UV 에 의한 폴리피롤 박막의 동적특성의 연구

장 상목, 김종민, 이현우, 村松 宏*

동아대학교 화학공학과, 세이코전자 기술본부

Study of the dynamic properties of polypyrrole thin film by Q.C.A./UV.

Sang-Mok Chang, Jong-Min Kim, Hyun-Woo Lee, Hiroshi Muramatsu*.

Dept of Che. Eng. Dong-A Univ., Res Lab for Adv tech. Seiko Instruments Inc

서론

폴리피롤은 폴리아닐린, 폴리페닐린, 비닐렌 등과 함께 대체에너지 개발에 있어서 중요한 고분자 재료로서 Kanazawa¹⁾ 등 많은 연구진에 의해 연구되어지고 있다. 폴리피롤은 유기용매중의 전기중합을 중심으로 연구가 진행되어 오다가 1965년 MacNeil 등에 의한 수용액중의 중합법이 알려진 후, 수용액 중합의 장점들, 특히, 인위적으로 피롤막의 특성을 유용하게 바꿀수 있다는 사실이 알려진 후 수용액중 피롤막의 특성연구²⁻³⁾는 실로 절정에 달해있다.

한편 수정진동자(Quartz Crystal Analyzer)는 미량의 질량관측소자로 널리 알려져 있으며, 저자들은 이러한 질량변화의 원인을 정성화 시키는 공진저항의 개념도입을 여러번 소개한 바 있다⁴⁻⁷⁾. 본 실험에서는 수정진동자와 UV를 사용하여 폴리피롤 중합막의 redox 반응시 이온이동에 따른 전기변색특성과 막의 정성, 정량적인 특성변화를 관찰할 수 있는 방안을 제시하고자 한다.

실험및방법

본 실험에서는 광학적으로 투명한 수정진동자를 사용하기 위하여 전극재료로서 ITO를 사용하였고, Sputtering 기법을 사용하여 수정진동자 양면의 전극두께를 각각 2500nm 가 되게 함으로써 공진주파수가 9 Mhz가 되게 하였다.

Fig. 1에 본실험에 사용한 UV 셀의 구조를 나타내었다.

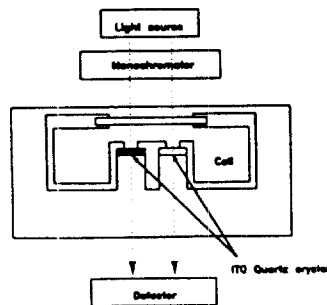


Figure 1. Schematic cell diagram of Q.C.A./UV in situ analysis.

두개의 수정진동자를 사용하여 하나는 작업전극으로 다른 하나는 광학적 기준으로 사용하였다.

Fig. 2에는 실험장치의 구성을 나타내었다. 각각의 장치로서 포텐시오스타트 (Solatron, model 1286), 전기적인 참조전극으로 Ag/AgCl, 대극으로 $1.5 \times 4.5 \text{ cm}^2$ 의 백금전극, 수정화학분석기(Seiko EG & G, model QCA 917), UV/vis Spectrophotometer(Hitachi, model 340)을 사용하였으며, 모든 분석기의 실험자료는 IEEE-488 인터페이스 보드를 사용하여 Micro-Computer(NEC 9801, 286LS)로서 해석하였다.

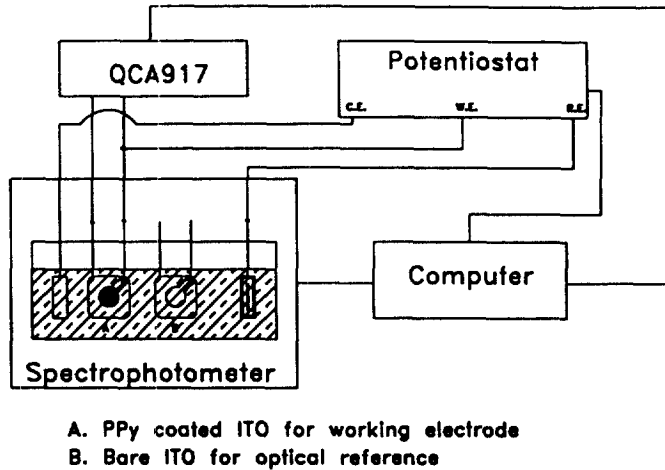


Figure 2. Schematic diagram of experimental system for Q.C.A./UV in situ analysis.

피롤과 그밖의 시약은 Wako pure chemical 의 분석용을 사용하였고 증류수는 탈이온수를 사용하였다.

피롤을 전기중합(constant current method)한 후, 피롤을 중합한 수정진동자의 투광도를 분광기의 파장에 따라 검사하고, 이 결과에 의해 전위주사의 영역을 결정하였다.

결과 및 고찰

피롤 단량체를 0.1 mA/cm^2 의 정전류를 사용하여 250 s 동안 중합한 후, Fig. 1의 셀을 가진 UV 에서, 전해질을 0.1 M KClO_4 로 하여 전위주사속도 50 mV/s , 전위주사의 범위를 $-400 \sim 600 \text{ mV}$ (vs Ag/AgCl), UV의 파장을 800 nm 로 고정한 후 전위 주사에 대한 전위-전류, 전위-주파수변화, 전위-공진저항, 전위-흡광도의 관계를 Fig. 3에 나타내었다.

Fig. 3(a) 에서는 피롤막이 이 전위영역에서 안정되어 있음을 알 수 있고, 전위가 +로 증가하면 이온이 피롤막 속으로 이동하고 이에따라 흡광도가 점차적으로 증가함 Fig. 3(b)와 Fig.3(d)에서 알 수있다. Fig. 3(c) 에서는 이온의 이동에따라 공진저항(점탄성)의 크기가 달라짐을 알 수 있는데 이때 이온이 중

류와 실험조건에 따라 이러한 변화는 달라지며 또한 전기중합시의 중합조건에 따라서도 유변학적인 특성이 다름을 여러실험으로 확인할 수 있었다.

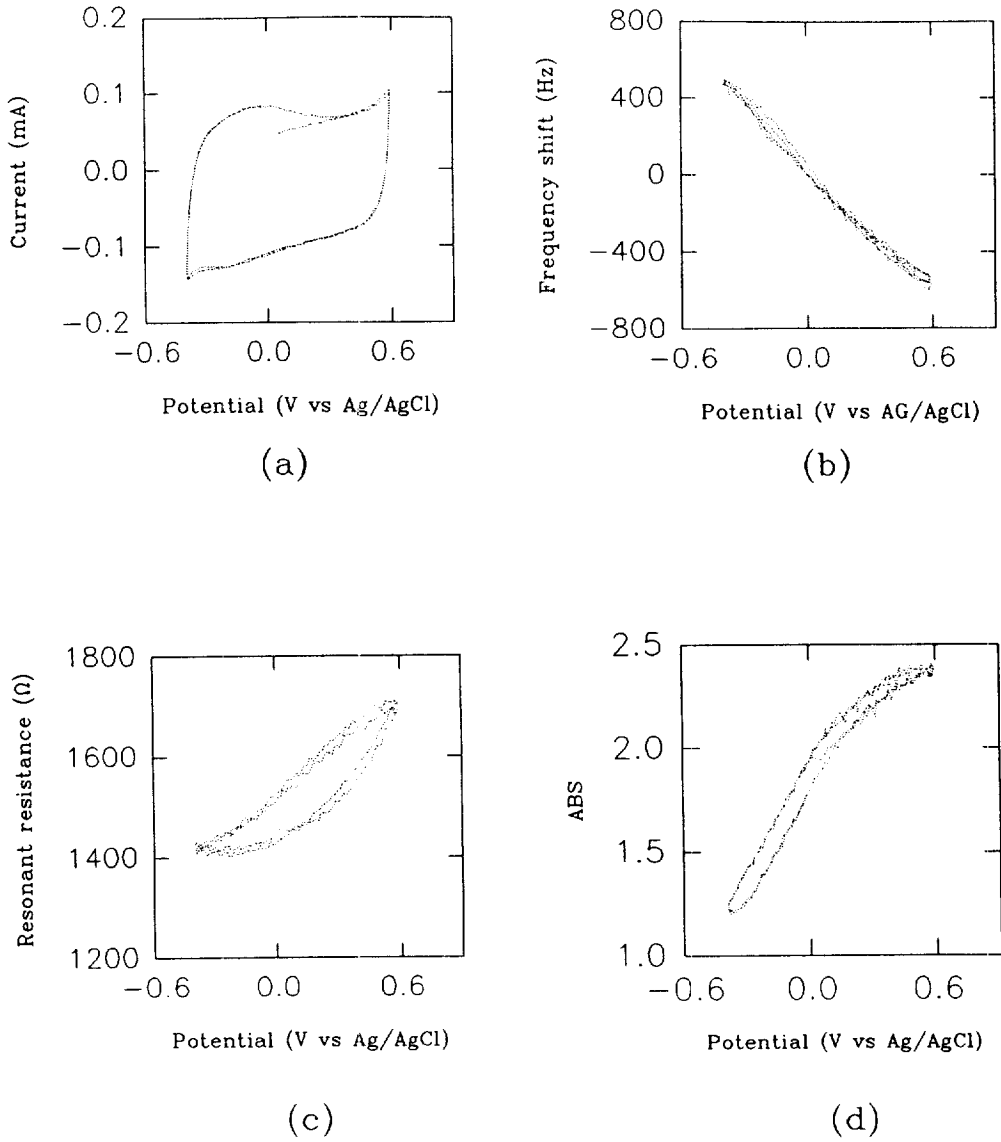


Figure 3. General synthesis variables during redox process.

참고문헌

1. Kanazawa, K.K and Gordon, J.G.II: Anal.Chim.Acta, 175, 99(1985).
2. H.W.RHEE, J.M.KO,J.K. KIM and C.Y. KIM; Mol.Cryst.Liquid.Cryst, 207, 227(1993).
3. Toshiyuki M., Shin-ichi K., Tetsuya O., Sadako N., Yoshiko T.: Bull.Chem.Soc.Jpn, 1297, 68(1995).
4. Muramatsu, H.; Kimura, K. Anal.Chem, 1992, 64, 2502.
5. Muramatsu, H.; Tamiya, E.; Karube, I. Anal.Chem, 1988, 60, 2142.
6. 김 종민, 장 상목, 장 용근, Hiroshi Muramatsu, Tatsuaki Ataka, 화학공학, 편집중
7. 장 상목, 김 종민, 하 창식, Hiroshi Muramatsu, Tatsuaki Ataka, polymer communications, in print