

산화 그래핀 고분자복합체를 이용한 온도센서 연구

정주라¹, 이유진¹, 노기연¹, 이선희², 김서현², 김예진³, 이지은³ 안성일^{1,*}

신라대학교 에너지응용화학과

(siahn@silla.ac.kr*)

A study on temperature sensor using a graphene oxide/polymer composite

Ju ra Jung¹, Yu-jin Lee¹, Gi-yeon No¹, Seon-hui Lee², Seo-hyun Kim², Ye-jin Kim³, Ji-eun Lee³,

sung il Ahn^{1,*}

Department of Energy and Applied Chemistry, Silla University¹

Jurye girls' highschool², Saint marys' girls' highschool³

(siahn@silla.ac.kr*)

I. 서론

Graphene 이란 흑연에서 sp^2 탄소들이 벌집 모양의 육각형 그물처럼 배열된 평면들이 층으로 쌓여있는 구조인데, 이 그물구조의 한 층을 그래핀(Graphene)[1]이라 한다. Graphene은 우수한 전기적, 물리적, 화학적 특성을 가지며 이러한 특성뿐만 아니라 반도체의 대체 물질 활용 가능성 때문에 여러 분야에서 광범위하게 연구되고 있다.[2-5] 1세대에서 Graphene의 연구 동향은 우수한 특성을 지닌 Graphene의 대량생산과 화학적 물리적으로 안정한 Graphene을 얻는 방법이 연구 방향 이었다면, 이제는 Graphene을 활용하기 위한 연구가 활발히 진행 되고 있다. 본 연구에서는 Graphene oxide를 온도센서로 활용하기 위하여 온도 저항특성을 분석 하였다.

Graphene은 온도 상승 시 저항이 줄어드는 반도체의 특성과 유사하다. 반도체 특성을 가지는 Graphene과 유사한 대표적인 반도체 소자 온도센서는 NTC서미스터가 있으며, 아래의 저항온도 계수로 특성을 규명할 수 있다.

$$R(T) = R_0(1 + \alpha\Delta T) \text{ or } = \alpha\Delta T$$

(R 과 R₀는 각각 온도 T와 T₀일 경우의 저항, α 는 저항온도 계수)

NTC서미스터 온도센서는 직선관계를 얻기 위해 I. C 보정회로를 결합하여야 하는 단점이 있지만, 개발한 Graphene 산화물을 이용한 온도센서는 측정되는 그래프 값의 변환 없이 온도-저항의 직선 관계를 이용하여 정밀하고 안정된 온도센서를 만들 수 있다.

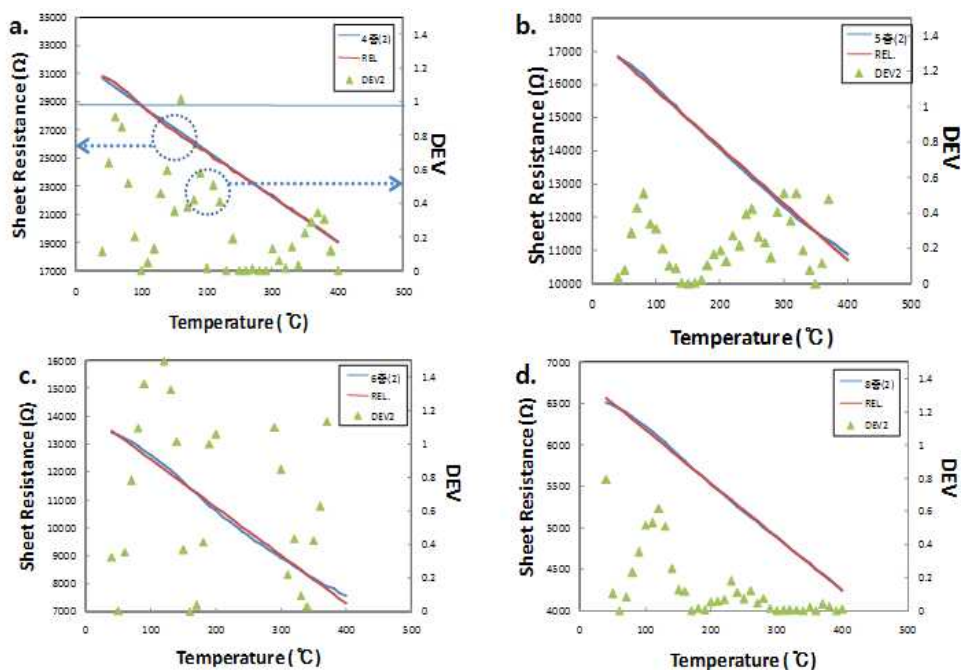
II. 재료 및 방법

GO는 Hummers method를 수정하여 합성 흑연으로부터 준비 하였다. 먼저, 흑연 4g 을 Ice bath에서 NaNO₃ (Aldrich, 99 %) 2g 이 용해되어 있는 H₂SO₄ 150 ml 용액에 넣고 magnetic stirrer를 사용하여 stirring 하였다. 두 번째, 강한 산화반응을 일어나지 않도록 반응용기의 온도를 규칙적으로 체크 하면서 KMnO₄ 12g를 15분 동안 조심스럽게 넣어주었다. 이 후, 실온으로 맞춘 다음 1시간동안 산화반응을 진행 하였다. 반응을 종료 시키기 위해 증류수 300 ml를 천천히 첨가시키고 남아 있는 KMnO₄ 를 제거하기 위해 H₂O₂를 혼합물 안의 KMnO₄의 소멸을 나타내는 거품이 사라질 때까지 첨가시켜주었다. 얻어진 흑연 산화물은 원심분리를 통하여 증류수와 함께 14 번 이상, GO의 pH가 7이 될 때까지 세척한다. GO의 혼합물을 얻기 위해서, 세척 후 잔여물을 비커에 증류수 100 ml 넣고 40 kHz 그리고 200 W sonicator를 사용하여 15분간 초음파 처리하였다. 그 후에 혼합물은 원심분리를 하고 박리된 GO가 포함된 상층 액은 vial에 옮겨 담는다. 이 액을 무게비율로 증류수에 희석시키고 PVA와 1:1 비율로 혼합 하였다.


3 cm X 3 cm크기의 유리판을 준비하여 GO : PVA 비율 1:1 로 만들어진 샘플을 스프인 코팅을 하였다. 코팅 된 막은 120 °C에서 5분간 핫플레이트를 이용하여 건조시켰다. 이 작업을 4~8번 까지 반복하여 두께가 다른 5개의 샘플을 준비 하였다. 이 후 핫플레이트에 온도를 230 °C로 맞춘 뒤 10분간 열처리를 하였다.

이렇게 준비된 샘플들을 고온 및 진공에서 전도도측정이 가능한 4-PROBE장비를 이용하여 온도에 따른 저항 값을 측정 하였다. 측정 판에 코팅된 샘플 올리고 핀을 접촉 시킨 후 측정 공간 안을 10⁻³ Torr 진공으로 만들어 준 뒤 최소 온도 30 °C 최고 온도 400 °C 로 설정을 하고 10 °C 간격으로 표면저항을 측정하였다.

III. 결과 및 고찰



<그림1. 그래핀/고분자 복합체의 온도에 따른 면 저항;

a. 4층 코팅, b. 5층 코팅, c. 6층 코팅, d. 8층 코팅,  : ideal 한 직선 관계식.>

온도계수인 $\Delta R/\Delta T$ 는 <그림 1>에 정리 하였다. 그림에서 본 바와 같이 저항은 온도가 증가함에 따라 감소하는 것을 알 수 있고, 층수에 따른 직선의 기울기는 두께가 증가함에 따라서 감소하는 것을 알 수 있다. 추세선을 기준으로 그래프를 분석하면 코팅수가 얇을 때 저항 값 변화의 범위가 크다는 것을 말한다. 이결과는 이 실험 범위에서 코팅 막의 두께가 얇을수록 좀 더 정밀한 온도 측정을 하는 것을 보여준다.

환원 그래핀은 반도체 특성을 가지고 있어서, 온도에 따라 저항 값이 지수함수적인 그래프로 떨어져야 하나 <그림 1>에서 보는 바와 같이 직선 관계식을 보여준다. 이 결과는 다양한 원인 중에 다음 두가지가 크게 작용한 것으로 판단된다. 첫 번째로는 그래핀 이외에 고분자가 분해되면서 생성되는 고분자의 잔류물들이 그래핀 사이에 끼어 전도특성을 변화시키거나 두 번째로 그래핀 복합막은 그래핀 시트와 시트 간 연결되어 있기 때문에 시트간의 저항이 반도체와 달리 직선 관계를 보여주는 것 같다.

IV. 결 론

온도계수 $\Delta R/\Delta T$ 식을 바탕으로 1°C 변화에 대한 저항 값을 계산해보면 4층: 29.7 Ω /°C, 5층: 16.8 Ω /°C, 6층: 17.3 Ω /°C, 7층: 11.3 Ω /°C, 8층: 6.5 Ω /°C 가 나왔다. 이것을 일반적으로 많이 사용되며 0.1 Ω 씩 측정 할 수 있는 멀티메타와 비교를 할 경우 $\Delta R/\Delta T$ 값을 비례식으로 계산하면 4층막은 0.1 Ω 변화에 0.1 Ω \rightarrow 4층: 0.0034 °C, 5층: 0.006 °C, 6층: 0.0057 °C, 7층: 0.0088 °C, 8층: 0.015 °C 측정 할 수 있음을 의미한다.

$\Delta R/\Delta T$ 로 계산 한 결과 0.1 Ω 을 측정하는데 4층이 가장 정밀한 온도가 측정이 되고, 층수가 올라갈수록 정밀도가 떨어지는 것을 알 수 있다. 하지만 <그림1>에서 보듯이 4층보다 8층이 조금 더 안정된 직선관계를 보여 줌을 알 수 있다. 따라서 환원 그래핀/고분자 복합막을 센서로 이용할 경우 적어도 온도정밀도가 상온 ~ 400 °C 사이에서 0.015°C의 정밀도를 가지게 됨을 알 수 있다.

참고문헌

- [1] Novoselov KS, Geim AK, Morozov SV, Jiang D, Zhang Y, Dubonos SV, et al. Electric field effect in atomically thin carbon films. Science 2004;306:666 - 9.
- [2] Lee C, Wei X, Kysar JW, Hone J. Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene. Science 2008;321(5887):385-8.
- [3] Balandin AA. Thermal properties of graphene and nanostructured carbon materials. Nat Mater 2011;10(8):569 - 81.
- [4] Elias DC, Nair RR, Mohiuddin TMG, Morozov SV, Blake P, Halsall MP, et al. Control of Graphene's Properties by Reversible Hydrogenation: Evidence for Graphane. Science 2009;323(5914):610-3.
- [5] Nair RR, Blake P, Grigorenko AN, Novoselov KS, Booth TJ, Stauber T, et al. Fine structure constant defines visual transparency of graphene. Science 2008;320(5881):1308.