

# 형광 나노포러스 박막의 온도장 가시화

오영수 †·백인기\*·전필수\*·김현정\*\*·유재석\*\*

## The Visualization of Temperature Field for Nanoporous Thin Film using Laser-Induced Fluorescence.

Youngsu Oh, Ingi Baek, Pilsoo Jeon, Hyunjung Kim, Jaisuk Yoo

Key Words: LIF(레이저유도형광여기법), Nanoporous(나노포러스), Temperature Field(온도장)

### Abstract

In present study, a temperature field of specimens which was coated with fluorescence dye such as Rhodamine-B(Rh-B) has been measured, based on the fluorescence intensity. Silica(SiO<sub>2</sub>) nano porous structure with 1um thickness was constructed on a cover glass, and fluorescence dye was digested into these porous thin films. To optimize manufacturing coating process, various solvents, Rh-B concentration, and other chemical materials were applied to fabricate the specimen and all specimens were measured on the various temperature conditions. For the measurement, a 14 bit cooled CCD camera with 1600 by 1200 spatial resolution is equipped with epifluorescence microscope to obtain only fluorescence intensity from 1.2 mm by 0.9 mm field of view of the illuminated coated specimen.

### 기호설명

$I$	:	방출강도 ( $W/m^3$ )
$I_0$	:	초기 광원의 강도 ( $W/m^2$ )
$C$	:	형광염료의 농도 ( $kg/m^3$ )
$\Phi$	:	양자효율
$\epsilon$	:	몰흡수계수 ( $m^2/kg$ )
$\lambda$	:	광원의 파장 ( $nm$ )
$\lambda_{abs}$	:	흡수파장 ( $nm$ )
$\lambda_{em}$	:	방출파장 ( $nm$ )
$T$	:	온도 ( $^{\circ}C$ )

고 있다. 다양한 미소 디바이스에서의 정확한 온도측정은 디바이스 개발과 성능을 위하여 매우 중요한 요소가 된다. 특히 온도 측정 방법 중 비접촉식 측정방법으로는 레이저유도형광여기법(Laser Induced Fluorescence : LIF), 적외선카메라 등이 있다. 비접촉식 측정방법은 접촉식 측정방법에 비해 유동교란을 발생시키지 않을 뿐 아니라, 정밀한 온도측정이 가능하다.<sup>(1)</sup> LIF기법은 사용하는 형광염료의 개수와 온도해석을 위해 사용되는 파장대의 수(카메라 수)에 따라 분류된다.

본 연구에서 적용한 1 color / 1 dye 방법은 하나의 카메라와 하나의 염료를 사용하여 온도를 측정하는 기법으로<sup>(2)</sup> 농도와 온도의 두 가지 매개변수 중 하나가 일정할 경우, 미지의 다른 하나를 알고자 도입되었다. 이 방식의 특징은 실험에 사용되는 광원의 강도를 일정하게 유지하여야 하며, 이를 위해 Excitation 및 Collection 장치가 반드시 필요하고 일정한 농도 또는 온도의 초기 기준 상태로의 보정이 필요하다. 또한 레이저 광원을 주사하였을 때 에너지 분포가 균일하지 않기 때문에 광원의 영향을 제거하는 작업이 필요하다.

### 1. 서론

최근 나노 기술의 비약적인 발전은 미소영역의 물리적 특성들을 파악할 수 있는 기술을 요구하

† 아주대학교 기계공학과 대학원

E-mail : oys5098@ajou.ac.kr

TEL : (031)219-2350 FAX : (031)219-2353

\* 아주대학교 기계공학과 대학원

\*\* 아주대학교 기계공학부

LIF기법으로 액상 상태의 온도장 측정은 많은 선행연구자들에 의해 다양하게 실험되었다. 반면에 물체 표면의 온도를 측정하는 연구는 거의 없는 실정이다. 따라서 본 연구에서는 물체 표면의 온도를 측정하고자 메조포러스 박막 시편을 제작하였고 그것의 온도분포를 1 color / 1 dye 방법으로 측정하였다.

## 2. 이론

본 연구에서 사용한 온도 측정에 따른 형광 강도 변화의 원리를 간략히 기술하였다. 형광염료의 방출강도는 온도에 대한 함수이며, 그 관계는 다음과 같다. (3)

$$I(T) = I_0 C \varepsilon \Phi(T) \quad (1)$$

여기에서  $I_0$ 는 초기 광원의 강도 ( $W/m^2$ ),  $C$ 는 형광염료의 농도 ( $kg/m^3$ ), 그리고  $\varepsilon$ 는 몰 흡수계수 ( $m^2/kg$ ),  $\Phi$ 는 양자효율로서 온도에 좌우된다. 또한 광자로 변환되는 경우에는 발광효율이라고도 한다. 일반적으로 온도 변화에 민감한 형광 염료는 대체로 온도 상승에 따라 양자 효율이 낮아지는 특성을 갖는다. 즉 양자 효율이 감소하기 때문에 방출강도는 감소한다. 따라서 방출강도를 측정함으로써 온도장을 측정할 수 있다.

본 연구에서는 레이저유도형광법을 이용하여 방출강도의 측정함으로써 온도장을 측정하였다. Rh-B(Rhodamine B)는 1°C의 온도 상승에 대하여 2%의 양자 효율의 감소를 갖는다. 또한 Rh-B는 물과 에탄올 등에 쉽게 용해되며 물속에서 화학적 안정성과 스펙트럼 특성이 우수하다.

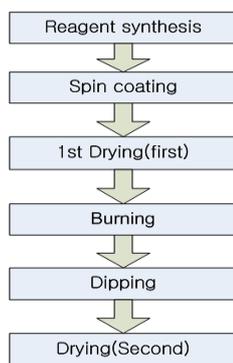


Fig. 1 Manufacturing procedure of mesoporous thin films.

광원에 대해서도 Ar+ 또는 Nd-Yag 레이저 등으로 쉽게 여기(Excitation)상태를 만들 수 있다.

이와 달리, 몰 흡수계수( $\varepsilon$ )는 온도의존성이 1°C 당 0.05% 정도이므로 온도에 대한 영향력이 미소하다. 초기광원  $I_0$ 과 형광염료의 농도  $C$ 가 일정하게 유지될 경우(4,5), 방출 형광의 강도를 측정하여 온도를 측정할 수 있다.

## 3. 실험

### 3.1 시편 제작

실험에 사용되는 시편은 13 × 13mm 크기의 커버글라스 윗면에 실리카 물질로 코팅된 박막이다. 이 박막은 3nm 크기의 기공들이 커버글라스 윗면에 규칙적으로 배열되어 있으며 1 μm의 두께로 되어있다. 이처럼 나노크기의 기공이 있는 박막의 구조를 메조포러스 형태라고 한다. 메조포러스 물질들은 계면활성제(surfactant)나 양친매성 고분자(amphiphilic polymer)와 같은 유기 분자를 구조 유도 물질로 사용하여 수열반응을 통해 합성된다. 계면활성제나 고분자가 이루는 거대분자(supramolecule)가 수용액 내에 형성되고, 표면에 위치한 친수성 부분과 실리케이트와 같은 무기 물질이 상호 작용하여 유기/무기 나노복합체가 형성되며, 이후 계면활성제를 제거하면 메조포러스 구조를 얻게 되는 것이다.(6) 이렇게 형성된 나노크기의 기공에 형광 물질을 용해한 용액을 주입하여 시편을 제작하였다.

#### 3.1.1 시편 제작 방법

메조포러스 물질들은 계면활성제(surfactant)와 같은 유기 분자를 구조 유도 물질로 사용하여 수열반응을 통해 합성된다. 이 실험에서는 계면활성제를 사용하여 포러스 물질을 합성하였고 제작 방법은 Fig. 1에 나타난 것과 같이 크게 시약합성, 스핀코팅, 건조, 열처리, 침지과정으로 나눌 수 있다. 세부 과정은 다음과 같다.

- 1) 에탄올, 염산, TEOS (Tetraethyl orthosilicate), 계면활성제를 일정한 비율로 합성
- 2) 합성된 시약을 스핀코팅과정을 통해 커버글라스에 일정한 두께로 도포
- 3) 오븐에 넣은 후 40°C에서 24시간 건조
- 4) 건조한 시편을 퍼니스 장치를 이용하여 400°C에서 2시간 열처리



하는 파장대의 빛만을 사용하였다. Dichromatic mirror(570nm)와 emission 필터(590nm)는 시편이 발하는 형광을 얻기 위해 사용하였다. 대물 렌즈는 10배율을 사용하였다. 이 렌즈를 사용하여 측정하는 영역의 크기는 1.2mm × 0.9mm이다.

균일 온도장에서 형광성능을 알아보기 위해서 원통형 저항 히터를 사용하여 시편의 한쪽 면을 일정한 온도로 유지하였고 히터표면에 T-type 열전대를 부착시켜 컨트롤러를 통해 온도를 제어하였다. 또한, 균일 온도장의 결과를 바탕으로 온도 분포장의 형광 특성을 알아보기 위해서 항온조로 온도를 유지하는 구리블럭을 사용하여 시편 국소가 열하는 방법을 취하였다. 이 실험장치의 목적은 시편의 각 영역마다 온도분포를 다르게 형성하는 것으로 Fig. 4와 같이 일정 온도의 유체가 흘러가는 구리블럭을 이용하였다. 일정한 온도의 구리블럭 위에 시편을 절반가량 올려놓았으며 나머지 부분은 공기 중에 노출시켰다. 본 연구에서는 민감한 형광세기의 변화를 측정하기 위해 명암을 14bit(16384단계)로 표현 할 수 있고, 1600×1200 pixel의 분해능을 가진 고감도 CCD카메라(PCO1600)를 사용하였다

### 3.2.1 실험방법

시편의 온도를 유지시키는 저항히터와 컨트롤러로 구성된 온도유지 장치의 온도를 변화시키면서 형광강도를 측정하였다. 실험장치를 통해 시편의 온도분포에 따라 형광강도를 지닌 영상을 CCD 카메라를 통해 얻었다. 여기서 획득한 데이터는 800×600개의 영역에 해당하는 형광강도 값을 가진다. 이 값은 온도를 표현하는 값을 가진 이미지로 변환되며, 각 온도에서 얻은 이미지들을 비교하는 방법을 취하였다.

## 4. 실험 결과 및 고찰

### 4.1 균일 온도장 측정 결과

온도 변화에 따른 형광 강도 변화를 관찰하기 위해 시편의 온도를 20℃ ~ 60℃ 범위에서 10℃ 간격으로 변화시켰다. 각 조건에서 얻은 영역별 형광세기는 Fig. 5에 나타내었다. x-y평면은 측정 영역을 나타내는데 그 실제 크기는 1.2mm × 0.9mm 이고 z축의 값은 형광강도를 나타낸다. 각 데이터들은 공통적으로 중앙부의 형광강도가 높

은 것을 알 수 있는데, 이는 Fig. 6에 나타난 것과 같은 광원의 분포가 중심부에서 높게 나타나기 때문이다. 온도변화에 따른 상대적인 변화를 관찰하기 위해서 기준데이터로 측정데이터들을 Pixel별로 나누었다. 즉, 20~60℃(분자)에 대한 60℃에서 얻은 데이터(분모)의 상대비로 변환하여 Fig. 7의 결과를 얻었다. 이를 통하여 비교적 균일한 형광 분포를 얻을 수 있었다.

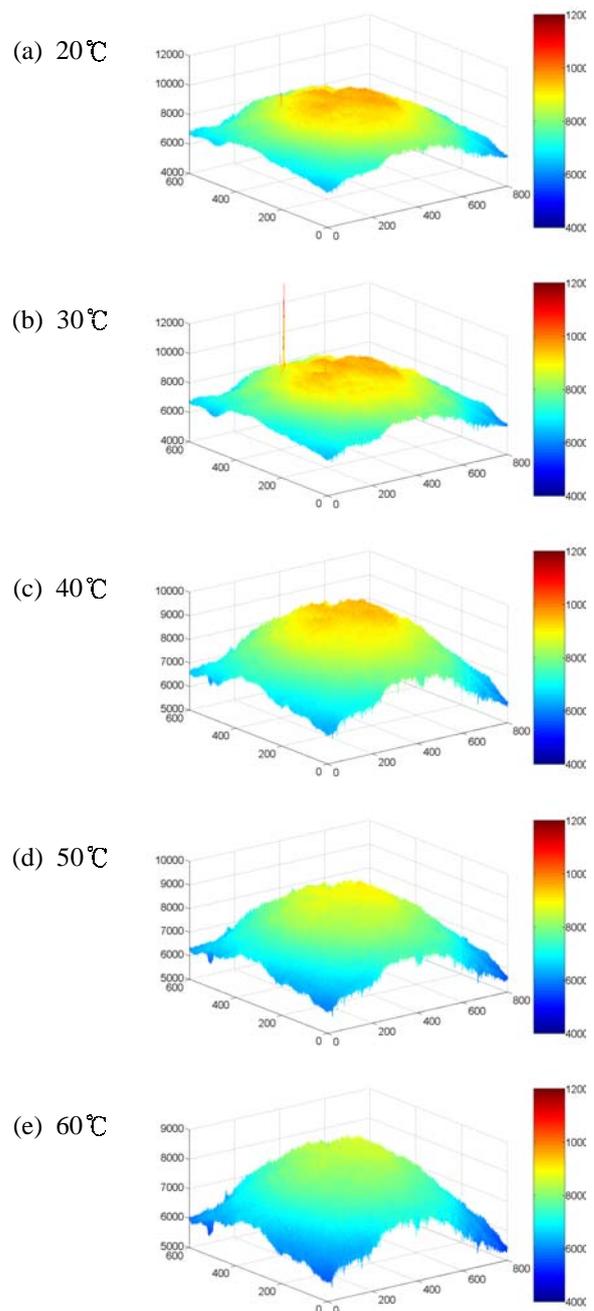


Fig. 5 Intensity profile as temperature variation.

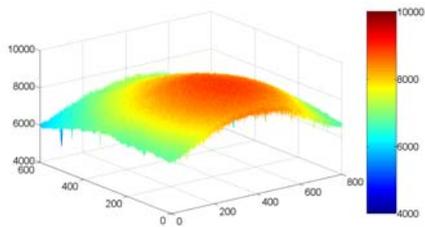


Fig. 6 Light intensity distribution of mercury lamp.

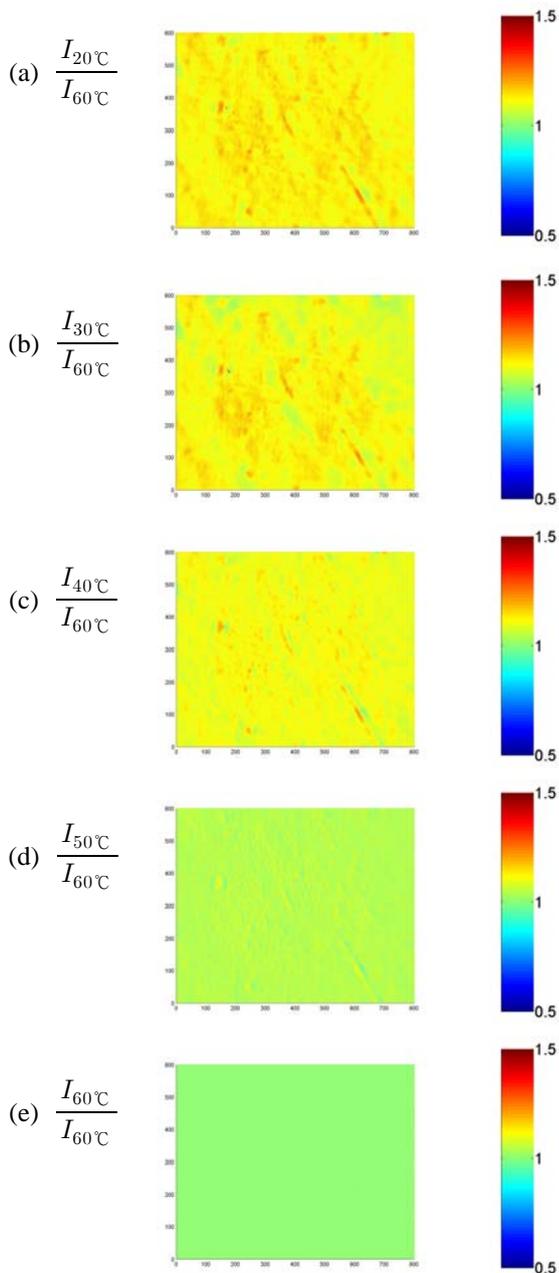


Fig. 7 Intensity Profiles Normalized by the intensity profile at 60°C.

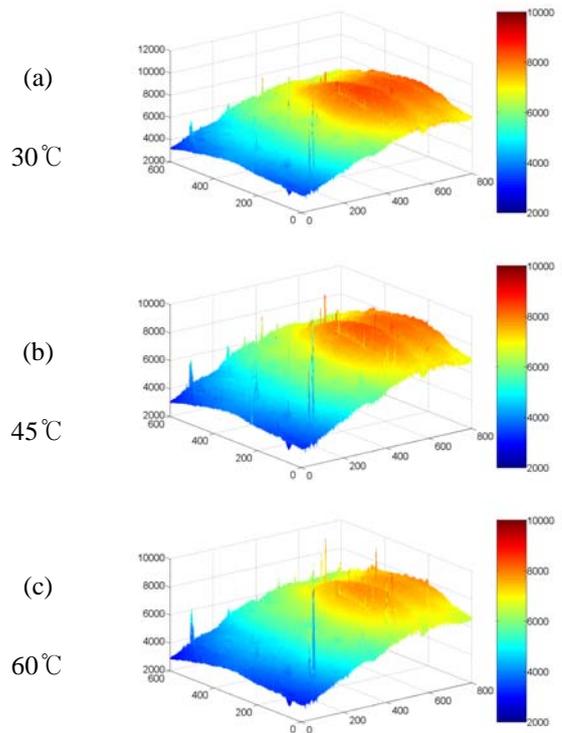


Fig. 8 Fluorescence distribution by a partial heating.

### 5.2 온도 분포 측정

Fig. 4와 같이 구리블럭 위에 시편 일부를 가열하여 형성된 온도장에 대한 형광강도 분포를 얻을 수 있었다. 구리블럭의 온도는 30°C, 45°C, 60°C로 변화시켜 시편 일부를 가열하였고, 블록과 접촉되지 않는 부분은 대기 온도에 노출시켜서 균일하지 않은 온도장을 형성시켰다. 이 때 측정된 결과는 Fig. 8과 같이 나타난다. 대기에 노출된 부분의 형광세기 또한 가열되는 부분의 열전도 영향에 의해 변하는 것이 관찰되었다. 시편의 영역별 온도분포에 따라 형광강도차이를 볼 수 있으며 이를 통해 영역별로 다양한 온도 조건에서 형광강도 분포 또한 측정가능하다

### 5. 결론

본 연구에서는 온도 감응성이 좋은 형광 나노포러스 박막을 제작하였고 포러스 공간에 온도민감성이 높은 Rhodamine B 용액을 채우는 과정을 통해 시편에 온도센서기능을 부여하였다. 이 시편에 온도장을 형성하여 영역별 형광성능의 변화를 가시화하였다. 본 연구 결과를 통해 박막의

온도뿐 아니라 온도를 알고자하는 물체표면의 변형 없이 시편과 물체 표면을 밀착시켜 표면온도를 측정하는데 사용가능하도록 하였다.

## 후 기

본 연구는 한국학술진흥재단의 지역대학 우수과학자 지원사업(R05-2004-000-11406)과 한국과학재단 특정기초연구(R01-2006-000-11264-0(2006))의 지원으로 진행되었습니다.

## 참고문헌

- (1) Yoon, J. H., Lee, S. J., 2000, "Temperature Field Measurement of Non-Isothermal Jet Flow Using LIF Technique," *Trans. KSME B*, Vol. 24, No. 10, pp. 1399~1408.
- (2) Auban, O., Lemoine, F., Vallette, P., Fontaine, J.R., 2001, "Simulation by solutal convection of a thermal plume in a confined stratified environment: application to displacement ventilation," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol.44, pp. 4679~4691.
- (3) Kim, J. M., Ryoo, R., 1998, "Synthesis and Characterization of Mesoporous Molecular Sieve MCM-48," *Applied Chemistry*, Vol. 2, pp. 421~424.
- (4) Sakakibara, J., Adrian, R. J., 1999, "Whole Field Measurement of Temperature in Water using Two-Color Laser Induced Fluorescence," *Experiments in Fluids*, Vol.26, pp. 7-15.
- (5) Kim, H. j., Kihm, K. D., Allen, J. S., 2003, "Examination of ratiometric laser induced fluorescence thermometry for microscale spatial measurement resolution," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol.46, pp. 3967~3974.
- (6) Sato, Y., Irisawa, G., Ishizuka, M., Hishida, K. and Maeda, M., 2003, "Visualization of convective mixing in microchannel by fluorescence imaging," *Meas. Sci. Technol.*, Vol. 14, pp. 114~121.