

1D3) 코일형 샘플러와 이온크로마토그래피를 이용한 클린룸의 암모니아 측정 Measurement of NH₃ in Cleanroom Using a Coil Type Sampler Coupled with Ion Chromatography

이용선 · 최성진 · 김혜영 · 김광영 · 유승교
(주) 에이스 랩

1. 서론

암모니아 가스는 일반환경에서 뿐만 아니라 첨단 산업인 반도체 제조공정에서도 가장 주목하여 관리하여야 할 대상이다. 반도체 공정에서 암모니아 가스는 T-Topping, 광학 현미경의 헤이즈 현상 등을 일으키는 원인으로써 꾸준한 농도 관리가 요구되고 있다. 또한 관리 기준 농도가 점점 강화되면서 일부 공정에서는 sub ppbv까지 신뢰성 있는 측정이 요구되고 있다. 현재 클린룸에서의 암모니아 농도 관리는 일부 자동화 기기를 사용하고 있으나, 대부분의 경우 임핀저 샘플링을 이용한 불연속적인 농도 관리가 이루어지고 있다. 이러한 임핀저의 경우 많은 시간과 인력이 필요하며 농도 변화를 정확하게 확인 할 수 없는 단점을 가지고 있다.

본 연구에서는 짧은 시간내에 암모니아를 효과적으로 포집하고, 측정시 메모리 효과를 최소화 할 수 있도록 테프론 재질의 코일형 샘플러 개발을 연구하였다. 이때 암모니아를 효과적으로 포집할 수 있는 흡수액의 선정이 매우 중요한데, 본 연구에서는 18.3 MΩ/cm 초순수와 3 mM의 MSA(methanesulfonic acid)를 선정 사용하여 비교 실험하였다. 또한 3 mM MSA를 흡수액으로 사용하여 클린룸에서의 암모니아 농도 변화를 관찰하였다.

2. 연구 방법

샘플러의 포집 원리는 흡수액과 샘플링 에어를 동시에 코일에 주입한 후 코일을 통과하는 동안 확산, 충돌에 의하여 암모니아 가스는 암모늄이온 형태로 흡수액에 포집된다. 본 연구에서 사용된 샘플러는 길이 100 cm, 내경 1.55 mm의 FEP(Fluorinated Ethylene Propylene)튜브를 사용하였으며, 코일을 통과하는 흡수액과 대기 샘플의 유량은 각각 0.2 ml/min 과 4 l/min을 기본으로 하였다. 흡수액을 이용하여 10분 포집한 후 이온 크로마토그래피를 이용하여 분석하였다. 실험에서는 1000±5 ppm 표준 암모니아 가스를 사용하였으며, 회색은 온·습도가 정밀(온도 ±0.02℃, 습도 ±0.5%)하게 제어되는 챔버를 이용하여 원하는 실험 농도를 발생시켰다. 첫째 흡수액으로는 기존에 일부 코일형 샘플러에 사용되는 18.3 MΩ/cm 초순수와 3 mM의 MSA를 선정하여 흡수액에 따른 포집 효율을 비교하였다. 포집 효율은 샘플러를 2단으로 구성하여 전·후단 샘플러에 포집된 암모늄 이온의 농도를 이용하여 평가하였다. 둘째 3 mM MSA를 흡수액을 사용하여 암모니아 가스 농도에 대한 샘플러의 농도 감응과 재현성을 평가 하였다. 셋째 자동화를 통하여 실제 클린룸을 연속 모니터링 하였다.

3. 결과 및 고찰

흡수액을 18.3 MΩ/cm 초순수를 사용할 경우 임핀저법에서 물에 대한 암모니아의 포집 효율이 99% 이상이라는 보고를 참고할 때, 본 연구에서도 상당히 높은 포집 효율을 기대하였으나, 암모니아의 농도가 높아질수록 포집 효율이 급격히 감소함을 보였다. 5 ppbv 이하 수준의 농도에서 95±3% 포집율을 보였으나, 100 ppbv 수준으로 농도가 상승되었을 때는 37±1.5% 의 매우 낮은 포집율을 보였다. 반면 3 mM MSA 수용액을 사용하였을 때는 100 ppbv 수준 농도에서도 95±3% 정도의 높은 흡수율을 얻을 수 있었다(그림 1 참조). 또한 MSA의 농도가 높아지면 더 높은 농도 수준의 암모니아까지도 고 포집 효율로 샘플링 할 수 있었다. 그러나 농도가 높아짐에 따라 이온 크로마토그래프에서 피크의 퍼짐현상과 함께

메모리 현상이 증가함을 나타내었다. 따라서 본 연구에서 위와 같은 조건에서 최적 흡수액을 3~5 mM 임을 확인하였다. 그림 2는 3 mM MSA를 흡수액으로 사용하여 클린룸을 실제 모니터링 한 결과이다. 측정 결과 표준가스를 측정할 때에는 다르게 변화폭이 매우 큼이 관찰 되었다. 특히 작업이 없는 저녁 시간 이후의 경우에는 농도가 비교적 안정적이나, 클린룸 이용 시간이 많은 낮시간의 경우 매우 심하게 변화하였으며, 이는 작업자에 의한 배출과 클린룸의 잦은 출입에 의한 외부 대기의 유입으로 판단되었다. 또한 본 연구에서는 빠른 시간내에 대기 중 암모니아를 고효율로 포집하여 측정·분석 할 수 있는 다양한 실험 결과들을 보여 주고자 한다.

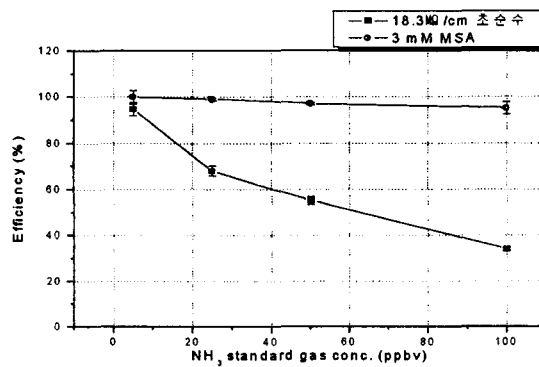


Fig. 1 Collection efficiency according to the change of ammonia concentration

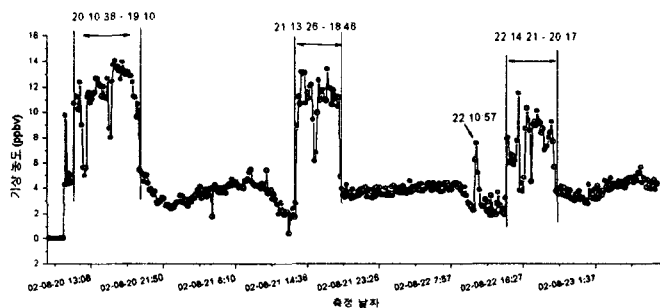


Fig. 2 The results of ammonia monitoring in cleanroom

본 연구는 국가지정연구실 사업의 일환으로써 도움을 주신 과학기술부에 감사드립니다.

참 고 문 헌

- 1) Lee Y.N and Xianllang Zhou(1993) Method for the Determination of Some Soluble Atmospheric Carbonyl Compounds. Environ. Sci. Technol., Vol. 27, No.4, p749-756
- 2) Allan L.Lazrus et al(1986) Automated Fluorometric Method for Hydrogen Peroxide in Air. American Chemical Society, Vol.58, No 3, p594-597