

AC9) 디누더를 이용한 클린룸 내 미량 암모니아 가스 자동 측정 시스템 개발

Development of Automatic Microanalysis System of Ammonia Gas in Clean Room by Using of Wet Denuder

이응선 · 김정수 · 김광영 · 유승교
 (주) 에이스 랩

1. 서론

반도체 생산에서 암모니아는 정밀성을 요구하는 공정 특히, 광증폭 공정에서 산과 반응하여 불량을 일으키는 주 원인이며, 고메모리로 갈수록 청정도 기준이 엄격해져서 1 ppbv 이하의 농도를 검출할 수 있는 기술이 요구되고 있다. 현재 반도체 회사에서의 암모니아 분석은 임핀저를 이용하여 가스를 포집한 후 이온크로마토그래피로 분석 하고 있으나, 이는 많은 시간과 인력이 요구되며, 실시간 분석이 어렵기 때문에 반도체 클린룸의 관리에 어려움이 있다. 본 개발 장비(AMS-2000)는 냉각 응축방식의 디누더를 이용하여 가스상 암모니아를 고농도의 액상으로 농축시키고 암모니아 이온선택성 전극으로 sub-ppbv 까지 측정할 수 있는 고감도 정밀 장치이며, 자체 개발된 프로그램으로 자동 운영된다.

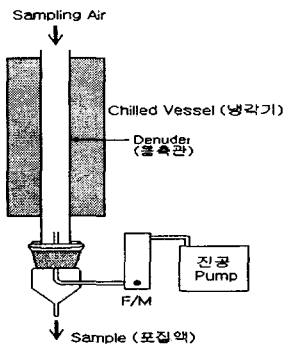


Fig. 1 Schematic of Denuder System

2. 연구 방법

2.1 시료 샘플링 방법

냉각 챔버내 quartz로 만들어진 Wet 디누더가 설치되고, 챔버 온도는 클린룸내 상온(22℃, 45% RH)의 공기들이 쉽게 응축될수 있는 온도 1℃로 설정하였다. 진공 펌프에 의해 흡입되는 공기들이 냉각챔버내 디누더를 통과할 때 가스성분은 디누더의 기벽에 확산되면서 공기중 수분과 함께 응축되어 응축수를 생성하게 된다. 공기 유입량은 보통 클린룸조건에서 7 l/min로 충분하고, 분석에 필요한 응축수량을 만드는 데는 2시간 정도 소요되어, 개발된 당사기에서는 6개의 디누더를 하나의 냉각 챔버내에 구성하여 다점 연속측정이 가능하게 하였다.

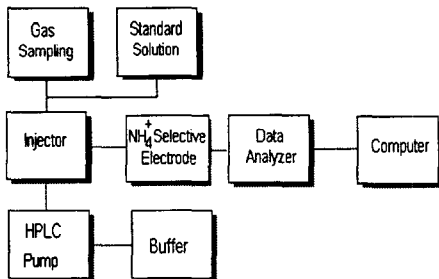


Fig. 2 Schematic Diagram of AMS-2000

2.2 분석 방법

포집관에 포집된 응축수를 자동으로 인젝터의 샘플루에 채운후 암모니아 이온선택성전극(Ion Selective Electrode)를 이용하여 FIA(Flow Injection Anlysis) 분석법으로 측정하였다. 동일한 방법으로 NH₄⁺ 표준용액(Accu. co.)을 사용하여 검량선을 작성하였고, 완충용액 0.02M, pH 7.2의 Trizma 용액을 사용하였다. FIA분석에 이용하는 용액의 유량은 0.2ml/min로 용액의 소모량을 최소화 함으로써 장기간 측정을 가능하게 하였다.

개발된 기기의 측정 신뢰성 평가는 동일 조건에서 임핀저로 분석대상 기체를 샘플링한 후 이온크로마토그래피(DX-500, Dionex co.)를 이용한 분석과 상호 비교함으로써 이루어 졌다.

$$C(ppbv) = C_0 \times A \times \frac{(273 + \text{℃})}{273} \times \frac{22.4}{18} \times f \text{ ----- (실험식)}$$

C_0 : 용축수의 농도, (ug/L)

A : 대기중의 절대 수분량, (g_{H_2O}/m^3_{air})

f : 보정 계수

3. 결과 및 고찰

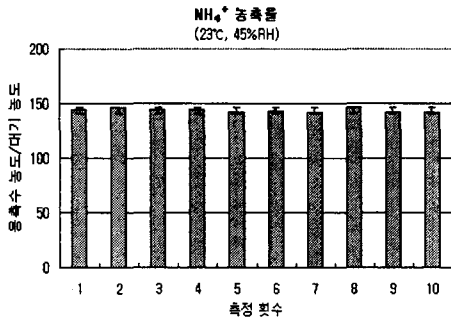


Fig. 3 The Ratio of Concentration of Preconcentration Solution vs. Sampling Air

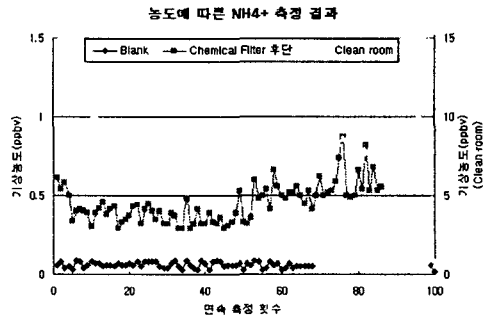


Fig. 4 The Measurement of Ammonium Concentration by AMS-2000

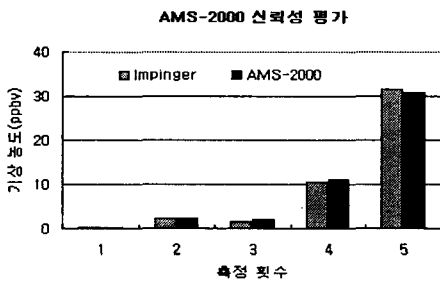


Fig. 5 The Comparison of Data Between Impinger and AMS-2000

| NH ₄ ⁺ 농도(ppbv) | | AMS/IMP*(%) |
|---------------------------------------|----------|-------------|
| Impinger | AMS-2000 | |
| 0.30 | 0.35 | 116.7 |
| 1.63 | 2.05 | 125.8 |
| 2.20 | 2.39 | 108.6 |
| 10.62 | 11.14 | 104.9 |
| 31.5 | 30.73 | 97.6 |

IMP* : Impinger

디누더를 사용하여 샘플링시 포집된 용축수의 농도는 10회 측정결과 대기농도의 $145 \pm 2 (\pm 1.3\%)$ 배로 일정하게 농축되었다.(Fig 3참조). 또한 클린룸내 설치되어 있는 암모니아 제거용 케미칼 필터 후단과 전단을 연속 샘플링하여 측정한 결과 저농도와 고농도를 동시에 정확히 측정하였다. AMS-2000에서 사용한 디누더의 메모리 효과는 고농도 측정에서 저농도 측정으로 바뀔시 1회 75%, 2회 95%, 3회 99% 이상 농도 회복율을 보였고, 저농도에서 고농도로 측정시는 1회에 99% 이상의 완전한 농도 반영을 나타내었다. Fig. 5에서 임핀저와 AMS-2000간의 상호 측정 비교에서는 낮은 농도 (<2 ppbv)에서 약 20%의 편차가 있으나 2 ppbv 이상의 농도에서는 10%내의 매우 좋은 일치율을 보였다. Sub-ppbv 수준의 농도에서조차 AMS-2000을 이용하여 약 1개월간의 연속 측정 데이터에서 25% 이내 측정편차를 보였고, 이는 대기질의 농도 변화를 고려할 때 매우 우수한 결과로 판단된다.