

PA23) 배경대기 중 SF₆ 측정 및 비교분석법

Measurement and Comparison Analytical Method for SF₆ in Background Air

이진복 · 문동민 · 김광섭 · 민들레 · 김진석

한국표준과학연구원 삶의질표준부

1. 서 론

각종 산업에서 전기절연체 및 반도체 에칭, 광섬유용 재료가스로 사용되는 SF₆는 교토의정서의 감축대상 온실가스 중 하나이다. 배경대기 중 3~10 $\mu\text{mol/mol}$ 농도 수준으로 존재하는 SF₆를 측정하는 데 있어 세계기상기구(WMO)에서 지구대기측정망에 요구하는 측정 정확도는 상대확장불확도 $\pm 1.0\%$ ($k=2$) 수준이다. 배경대기의 최종 비교분석에 사용되는 $\mu\text{mol/mol}$ 수준의 SF₆ 국가표준가스는 direct로 제조할 수 없으므로 회석단계를 거쳐야 한다. 따라서 본 실험에서는 모가스(mother gas)로 100 $\mu\text{mol/mol}$ 및 1 $\mu\text{mol/mol}$, 19 nmol/mol , 100 $\mu\text{mol/mol}$ 수준의 표준가스를 제조하여 유효성을 평가하고, 최종적으로 배경대기 중의 SF₆ 측정에 적합한 비교분석방법을 확립하고자 하였다.

2. 연구 방법

먼저 대기 중 극미량으로 존재하는 SF₆의 분석을 위한 분석조건 설정 및 시스템 구축을 위하여 예비실험을 실시하였다. 실험에서는 SF₆ 화합물에 대한 선택적 검출특성을 가진 GC/ECD를 사용하였으며, $\pm 0.5\%$ 이내의 측정불확도($k=1$)를 갖는 10 nmol/mol 의 표준가스를 200~1000 $\mu\text{mol/mol}$ 로 회석하여 측정하였다. 그 결과, 해당 수준에서 검량선은 직선성을 갖지 못하고, 낮은 농도로 내려갈수록 background의 영향과 적은 감도로 인한 variation이 심해져 $\pm 2\%$ 정도의 분석불확도($k=1$)를 나타냄을 확인할 수 있었다. 따라서 GC/ECD를 사용하여 대기 중 존재농도 수준의 SF₆를 측정하기 위해서는, 농측시스템을 장착하여 감도를 높이고, 제조복표농도 6 $\mu\text{mol/mol}$ 를 포함하는 근접한 농도의 표준가스가 필요함을 확인하였다.

Table 1. Analytical conditions of SF₆ with GC/ECD

항 목	조 건
검출기 온도	325 °C
분리관	Molecular sieve 5A, 80/100, 1.8 m, 1/8" ss
오븐온도	- 20 °C, isothermal
시료유량	100 ml/min(10 min pre-concentration)
valve 온도	100 °C
운반가스	N ₂ (99.9999 %)
운반가스 유량	28 ml/min(aux4:39 psi)

측정에 사용된 농측시스템의 구성과 원리는 그림 1과 같다. 냉매제는 Acetone과 Ethanol을 1:1 비율로 섞은 용액에 액체질소를 첨가한 것을 사용해 - 85°C를 유지하게 하여, 끓는점이 - 63.7°C인 SF₆는 농측시키고 바탕가스인 N₂는 by-pass시킬 수 있게 하였다.

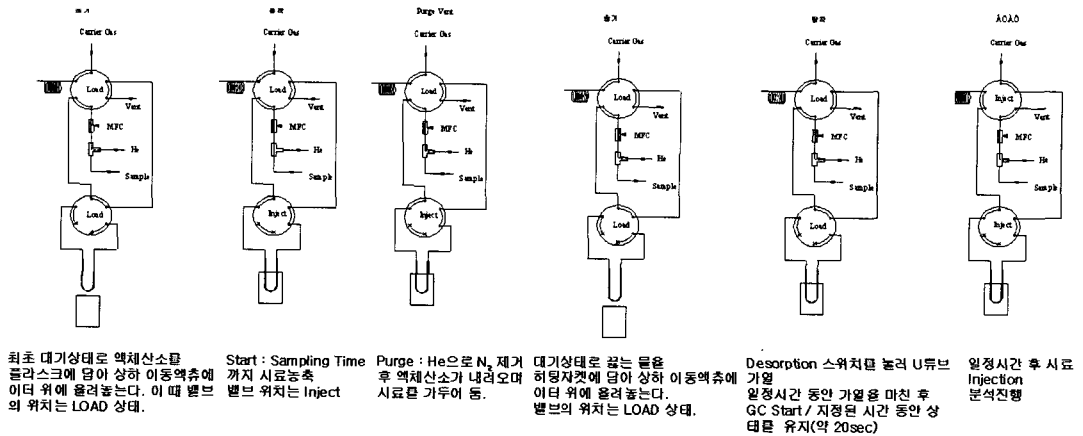


Fig. 1. configuration and principle of Pre-concentration system.

3. 결과 및 고찰

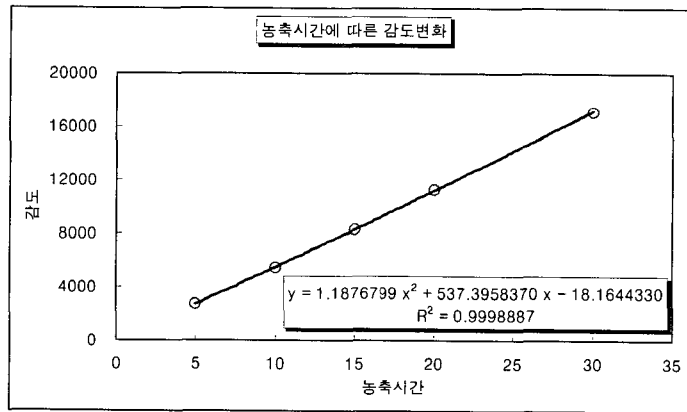


Fig. 2. Sensitivity change of SF₆ according to Pre-concentration time with GC/ECD.

실험결과, GC/ECD에서 $\mu\text{mol/mol}$ 수준의 SF₆는 농축시간에 따라서 감도의 변화가 $R^2 = 0.999887$ 의 상관관계를 가지는 비교적 직선적인 관계를 나타내었다(그림 2). 하지만 농축시간이 길어질수록 더 높은 감도의 peak를 얻을 수는 있으나, 긴 시간에 따른 기기의 drift가 발생할 수 있으므로, 최단시간 내에서 적절한 감도를 가지는 농축시간을 선택해야 하는데, 각 시간대의 감도와 그 때의 검출한계를 비교해 봤을 때 10분 정도 농축하여 분석한 결과가 가장 좋은 것으로 나타났다.

참고 문헌

- ISO 6143, Gas analysis-Comparison methods for determining and checking the composition of calibration gas mixtures.
- ISO 6145(all parts), Gas analysis-Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods.
- Ravishankara, A.R et al "Atmospheric lifetimes of long-lived halogenated species." Science 259, 194-199.