

## 고농도 Out Gas 정량 분석법 개발

김민주, 김종운, 정기호, 박창식

삼성전기(주) 기술총괄 부산연구소

**Abstract :** 본 연구는 MLCC 구성성분의 증발/비등에 의한 저분자물질의 제거가 bar 수축에 미치는 영향도를 평가하기 위해, 압착 bar에서 발생하는 고농도의 out gas를 정량하기 위한 최적 system을 구축하고자 하였다. gas 포집에 범용적으로 사용하는 Purge & Trap sampler 대신 Heating block를 사용하여 gas를 발생시키고 동시에 solvent에 용해시킴으로써 고농도의 시료가 희석될 수 있는 전처리 장치를 디자인하였다. 그 결과 고농도 gas 주입에 의한 장비오염과 peak saturation 문제가 해결되었고, gas phase의 시료를 liquid phase로 상전이 시켜 autosampler를 이용한 정확한 량의 시료 주입이 가능하였다. System의 Gage Linearity와 Bias는 각각 1.7%와 1.3%로 개선이 필요없는 수준의 정확도를 가졌다.

**Key Words :** GC/MS, out gas, pre-treatment, quantitative analysis, DOP

### 1. 서론

일반적으로 유기물 out gas 정성/정량 분석 시 Purge&Trap sampler를 이용하여 gas를 purging시키고 GC/MS로 분석한다. 하지만 주입량을 줄일 수 없는 특정 유형의 시료나 장시간 purging을 해야 하는 경우 고농도의 gas가 발생되어 장비오염뿐만 아니라 peak saturation 현상으로 인한 data의 정확도 및 재현성 저하와 같은 문제점 등을 유발한다. 본 연구에서는 Purge&Trap sampler를 이용하지 않고도 고농도 out gas 분석이 가능한 새로운 전처리 system을 구축하여 상기와 같은 문제점들을 해결하였다. Heating Block을 이용하여 제조공정과 동일한 조건에서 gas를 발생시키고 동시에 solvent에 용해 시킴으로써 고농도 시료가 희석되는 개념을 적용하였다.

### 2. 실험

#### 2.1 압착 Bar Out Gas 정성 분석

1차적으로 GC/MS를 이용하여 정성 분석한 결과, 압착 bar에서 out gassing되는 성분은 가소제인 DOP가 지배적이고, 이 외 검출되는 물질들은 모두 극미량으로 정량 분석에서 무시 가능한 수준임을 알 수 있었다.

#### 2.2 DOP gas 정량을 위한 전처리 장치

150℃에서 2시간 동안 압착 bar에서 발생하는 DOP를 포집하기 위해 [Fig. 1]과 같은 장치를 고안하였다. 시료는 두 개의 가지가 달린 sampler에 담고, 한쪽 가지를 solvent가 채워져 있는 다른 sampler에 연결한다. solvent가 채워져 있는 sampler의 한쪽 가지는 pump와 연결하여 열에 의해 시료에서 발생한 gas가 solvent에 용해되도록 유체의 방향을 유도한다.

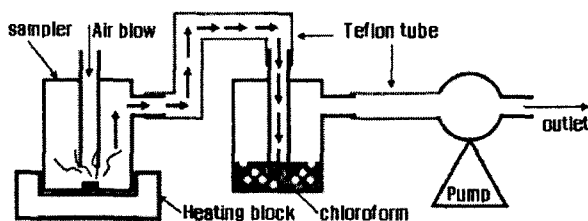


Fig. 1. Diagram of the newly designed pretreatment system.

### 3. 결과 및 검토

Gage Linearity Study를 통해 최적화된 전처리 system의 정확도를 평가하였고, 시료는 표준용액(DOP in chloroform)을 사용하였다. system의 Gage Linearity와 Bias는 각각 1.7%와 1.3%로 개선이 필요없는 수준의 정확도를 가지는 것으로 확인되었다. 본 연구를 통해 고안된 최적 전처리 시스템을 실제 압착 bar에서 발생하는 out gas 정량 분석에 적용하였다. [Table.1]에 나타낸 바와 같이 150℃에서 2시간 동안 발생하는 DOP gas는 시료 1mg당 9.4μg이고 이것은 3.6%(v/v) 부피로 환산된다. 이 값이 시료 전체 부피에 대해 차지하는 비율은 1.24%이다.

Table.1. DOP concentration of MLCC bar outgas<sup>1,2</sup>

Content	Weight %	Volume %
DOP	0.94	3.6

<sup>1</sup> MLCC compressed bar is heated at 150℃ for 2 hours.

<sup>2</sup> Density of MLCC compressed bar is 3.8mg/mm<sup>3</sup> and density of DOP is 0.98mg/mm<sup>3</sup>.

### 4. 결론

본 연구를 통해 고농도 Gas 정량분석에 solvent 희석의 개념을 적용시킨 새로운 분석 기법을 정립하였다. 생성된 gas는 Pump에 의해 형성된 air flow를 따라 이동하고, air가 bubbling함과 동시에 solvent에 용해된다. Gas를 solvent에 용해시키는 과정은 2시간 동안 생성된 고농도의 gas를 희석시켜 장비오염이나 peak saturation과 같은 문제를 해결해 준다. 또한 최종적으로 GC에 주입되는 시료의 상이 liquid phase이므로 autosampler를 이용한 정확한 시료의 주입이 가능하다. 이는 data의 정확도와 재현성 향상에 직결된다.

본 전처리 system의 구축으로 MLCC 압착 bar의 고농도 out gas를 정량할 수 있게 되었고, 결과적으로 예열 공정에 의해 발생하는 out gas가 bar 수축에 미치는 영향을 정량화할 수 있었다. 본 system은 MLCC 뿐만 아니라 당사에서 생산하는 모든 제품 분석에 적용할 수 있는 장점이 있다.

### 참고 문헌

[1]Richard E. Mistler and Eric R. Twiname, Tape Casting, pp.152~164, The American Ceramic Society, 735 Ceramic place.