

활성탄으로 충전된 고정탑내에서  $CF_4$ ,  $C_2F_6$ 의 흡착특성 연구

신지영, 강성원, 서성섭\*  
 홍익대학교 화학공학과  
 (suhss@wow.hongik.ac.kr\*)

A Study of Adsorption of  $CF_4$  and  $C_2F_6$  in Activated Carbon Bed

Ji-Young Shin, Sung-Won Kang, Sung-Sup Suh\*  
 Department of Chemical Engineering, Hong-Ik University  
 (suhss@wow.hongik.ac.kr\*)

서론

반도체 제조 공정이나 전자기판의 공정에서 에칭 및 세정에 주로 사용되는 PFC는 CFC의 대체 물질로 개발되었다. 그러나 PFC는 매우 안정된 물질로 대기 중에서의 체류시간이 매우 길고 지구온난화 주요물질인  $CO_2$ 에 비해 6,500~9,200배에 달하는 지구 온난화 물질이다. 이에 세계적으로 PFC가 배출 규제 대상이 되는 상황에 이르렀다.

본 연구에서는 흡착을 이용하여 PFC를 분리하기 위한 기술을 연구하였다. 원료로는 배출되는 PFC중 가장 많은 양을 차지하는  $CF_4$ ,  $C_2F_6$  가스를 사용하였고, 이 가스들의 고정탑 내에서의 동적 흡착 특성을 알아보았다. 흡착제로는 활성탄 20~40 mesh를 사용하였다. 흡착탑내의  $CF_4$ 와  $C_2F_6$ 의 흡착거동이 파과곡선을 통해 연구되었는데, 이들 원료의 농도와 유량에 따른 영향이 조사되었다.  $N_2$ 의 유량과 흡착시 원료기체의 농도, 감압, 퍼지 시간에 따른 탈착곡선도 관찰하였다. 이에 나아가 실제 공정에서의 동적거동 특성을 살펴보기 위하여 퍼지유량과 탈착시간 원료농도 등을 변화시켜 연속조업에서의 흡착 특성도 알아보았다.

이론 및 실험

## 1. 실험장치

동적 실험장치는 공급부, 흡착탑, 측정부로 구성되어 있다. (Fig. 1.) 각 기체는 MFC(Mass Flow Controller)를 통해 유량을 조절하며, feed는 buffer tank를 거쳐 혼합된 뒤 흡착탑으로 공급된다. 원료가스는 bypass line을 통해 sampling port를 거쳐 GC로 유입되어 분석된다. 배출가스는 TCD (Thermal Conductivity Detector)방식의 GC를 사용하였으며, GC의 column은  $CF_4$ 의 경우 silica gel을,  $C_2F_6$ 의 경우에는 PORAPAK Q를 충전한 packed column을 사용하였고, carrier gas는 헬륨을 사용하였다. feed gas의 조성은 2분마다 sampling port를 통해 시료를 채취하여 측정하였다. 흡착탑의 압력은 탑의 입구와 출구부분에 PT를 설치하여 측정하였고, 온도는 흡착탑의 처음 중간 끝부분에 K type TC를 설치하여 측정하였다. 진공펌프를 이용하여 탑내의 기체를 맨트라인으로 통해 배출되도록 하였다.

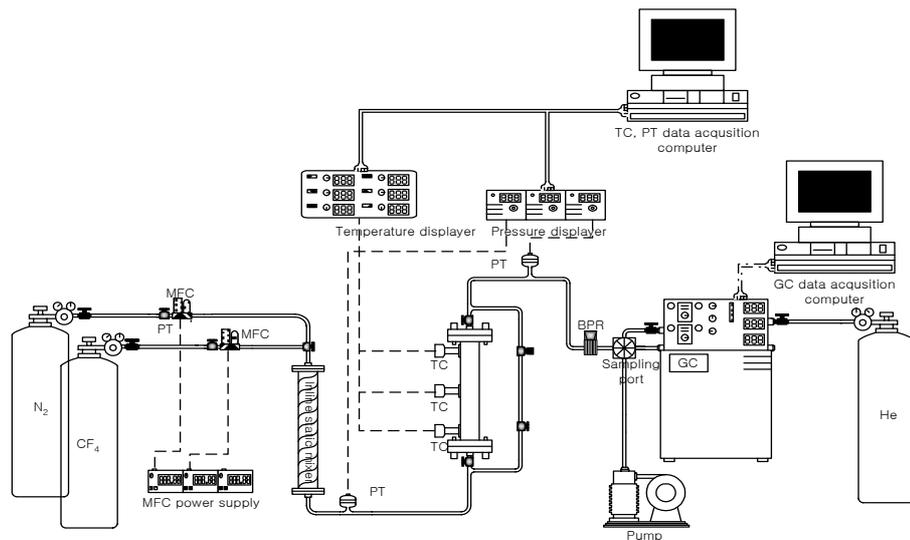


Fig. 1. Dynamic adsorption experiment apparatus

## 2. 실험방법

흡착실험전에 흡착탑을 진공 하에서 150°C로 10시간동안 가열·탈착한 후 실온까지 냉각시킨다. 약흡착질인 N<sub>2</sub>로 (유량:99ml) 대기압까지 가압한다. 가압후 N<sub>2</sub>와 CF<sub>4</sub>(또는 C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>)의 혼합기체를 MFC로 유량을 조절하여 원료로서 흘려보내는데 흡착에 앞서 bypass line을 통해 GC로 분석한다. 농도를 알고있는 원료기체는 흡착탑으로 보내는데 탑위에서부터 아래쪽으로 흡착이 되도록 공급한다. 흡착이 포화된 다음에는 진공펌프를 이용하여 감압을 한 다음 약흡착질인 N<sub>2</sub>를 흡착이 일어날때와는 반대방향인 탑아래에서 위쪽으로 흘려보내면서 퍼지를 한다. 각 실험이 수행되는 동안 2분마다 GC의 sampling port를 통해 시료를 채취하여 분석한다.

CF<sub>4</sub>의 원료 속 농도는 1%, 2%, 3%로 변화시키고 C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>는 1%, 5%, 10%로 변화시켜 흡착실험을 수행한다. CF<sub>4</sub>의 경우에는 원료기체의 유량변화를 100ml, 200ml, 300ml로 변화시키면서 파과곡선을 알아본다.

CF<sub>4</sub>에서의 탈착은 감압하지않고 퍼지만 한 경우, 감압시간을 10분, 20분으로 했을 때와 퍼지만 한 경우에서 퍼지유량을 99ml, 198ml, 297ml로 변화시켰을 때의 탈착특성을 알아본다. C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>의 경우 감압시간을 0분, 50분, 100분으로 했을 때, 퍼지유량을 99ml, 198ml, 297ml로 변화시키면서 탈착특성을 알아본다.

연속실험은 흡착이 포화되기 시작할 때 탈착으로 넘어가는데 탈착은 감압과 퍼지를 동시에 수행한다. 실제공정에 적용하기 위한 연속공정은 실험 편의상 CF<sub>4</sub>를 중심으로 했는데 CF<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>F<sub>6</sub> 각각의 feed 농도를 변화시켰을 때와 탈착시간을 변화시켰을 때의 특성을 연구하였다.

## 결과 및 토론

고정탑내에 있는 활성탄에 대한 CF<sub>4</sub>와 C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>의 파과곡선은 Fig. 2., 3. 에 나타내었다. CF<sub>4</sub>와 C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>의 농도가 높을수록 파과시간이 짧아짐을 알 수 있는데, 이는 흡착의 비선형성을 보여주며 농도가 높아질수록 흡착량이 늘어나는 정도는 둔화되지만 농도증가에 따라 유입량이 커지기에 흡착탑이 빨리 포화되는 것이다.

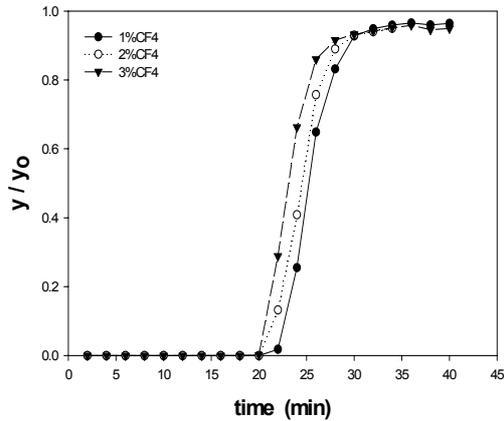


Fig.2. CF<sub>4</sub> breakthrough curves with various feed compositions.

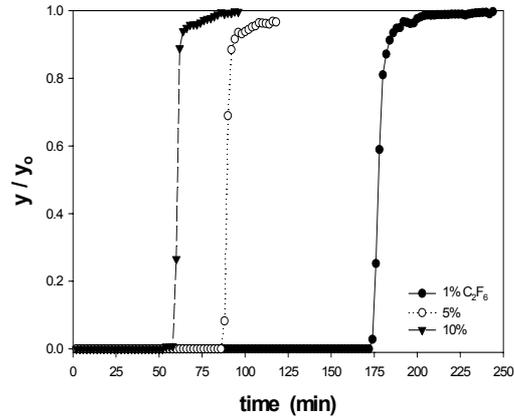


Fig.3. C<sub>2</sub>F<sub>6</sub> breakthrough curves with various feed compositions.

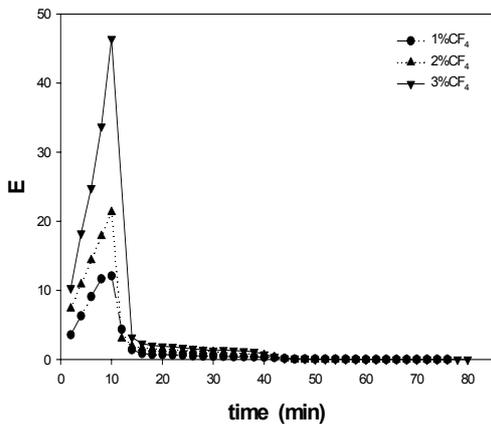


Fig.4. CF<sub>4</sub> desorption curves with N<sub>2</sub> purge after 50min evacuation at various feed compositions.

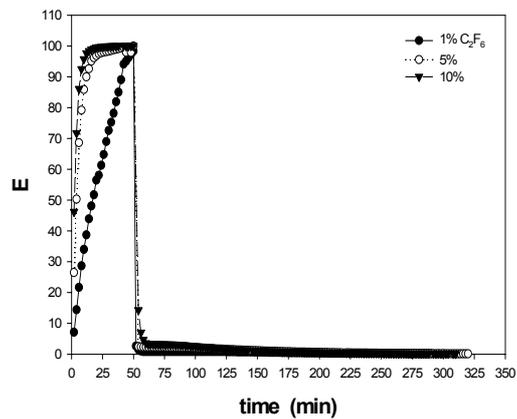


Fig.5. C<sub>2</sub>F<sub>6</sub> desorption curves with N<sub>2</sub> purge after 50min evacuation at various feed compositions.

Fig.4.에서는 CF<sub>4</sub>의 농도가 높을수록 탑내의 흡착되어 있는 절대적인 흡착량이 많으므로 감압시 농축계수가 더 높게 나타났고 퍼지단계에서도 늦게 탑을 빠져나오는 것을 알 수 있다. C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>탈착 실험시 CF<sub>4</sub>에 비해 가압 시간이 길어서 결국엔 농축계수가 비슷한 모습을 나타내고, 농도가 높을수록 탑을 빠져나오는 시간이 길다는 것을 Fig.5.를 통해 알 수 있었다.

CF<sub>4</sub>의 탈착특성은 퍼지유량변화와 감압시간에변화를 통해서도 알아봤는데 그 결과는 Fig. 6., 7.에서 나타내었다. Purge 유량이 늘어남에 따라 흡착질이 탑내부를 빨리 빠져나오는 것을 알 수 있다. 하지만 빠져나오는 시간은 유량이 증가함에 따라 작은 비율로 빠져나오는 것을 알 수 있다. Evacuation 시간이 길수록 강흡착질의 농축계수는 늘어나지만 얻을 수 있는 기체의 양이 작으므로 Evacuation만으로 조업하는 것은 비효율적이다. 오히려 Evacuation 과 Purge의 영향을 살펴볼 때 Purge를 통한 조업이 더 효율적이라는 것을 알 수 있다.

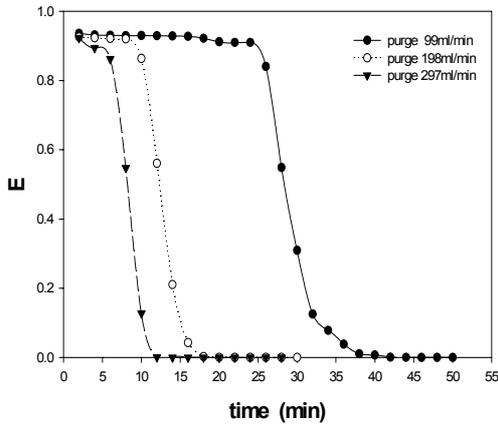


Fig.5. CF<sub>4</sub> desorption curves with N<sub>2</sub> purge at various purge flux. (Feed composition :1%CF<sub>4</sub>)

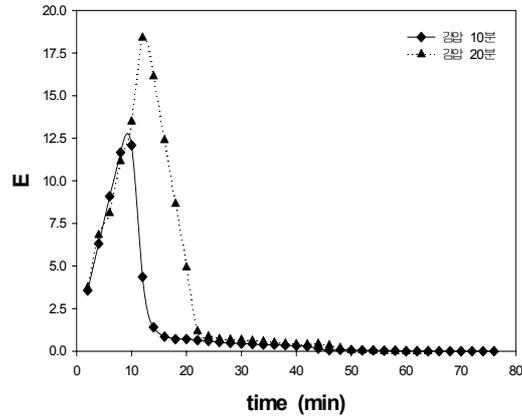


Fig.6. CF<sub>4</sub> desorption curves with N<sub>2</sub> purge after evacuation at various evacuation time. (Feed composition :1%CF<sub>4</sub>)

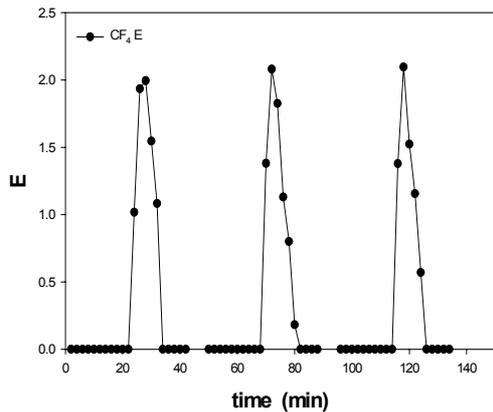


Fig.7. 1% CF<sub>4</sub> cyclic operation. Desorption time : 10min

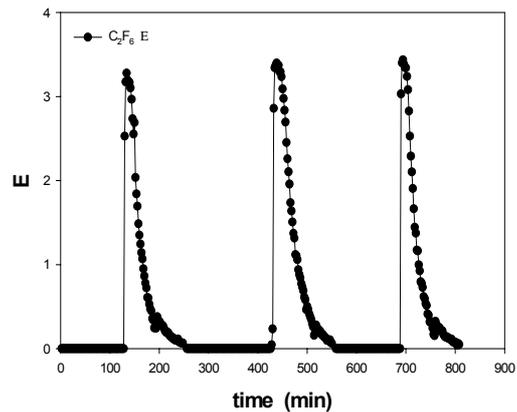


Fig.8. 1% C<sub>2</sub>F<sub>6</sub> cyclic operation. Desorption time : 120min

Fig.7과 Fig.8에서는 적절한 탈착 시간이 주어졌을 때 연속조업이 가능함을 보여 주고 있다.

결론

동적 흡착 실험을 통해 원료농도와 감압 시간 퍼지유량 등에 의한 흡착, 탈착 특성을 알 수 있었고, 연속실험을 하기 위한 기초 데이터로 활용할 수 있었다. 이를 바탕으로 흡·탈착을 반복시키는 연속실험을 수행하였고, 그 결과는 실제 조업시 일어날 동적 거동을 예측할 수 있는 자료로 사용될 수 있다.

참고문헌

1. Wankat, P. C., "Rate-controlled separation", Elsevier Applied Science, (1990)
2. Suzuki, M., "흡착공학", 형설출판사, (2000)