

분석장비를 활용한 세정제의 세정성능 평가방법 연구

신진호, 정재용, 배재흠*
 수원대학교 화학공학과
 (jhae@suwon.ac.kr*)

A study on Cleanliness Evaluation Methods of Cleaning Agents using Analytical Instruments

Jin Ho Shin, Jae Yoong Jung, Jae Heum Bae*
 Department of Chemical and Biochemical Engineering, The University of Suwon
 (jhae@suwon.ac.kr*)

서론

산업 세정은 제품의 품질 및 가치 향상, 제품의 성능 및 기능 향상, 부품 및 제품의 결함 예방을 목적으로 거의 모든 산업 분야에서 적용되고 있으며, 특히 세정공정은 우리나라 주요 기간산업인 전기, 전자, 기계 산업에서 주요 공정으로 이용되고 있다. 아직까지 많은 기업에서는 세정제를 사용하는 습식 공정을 이용하고 있으며 여기서 사용되는 세정제로 인하여 야기되는 오존층 파괴, VOC 발생, 폐수 및 폐기물 발생 문제 등을 해결하기 위한 대안으로 환경 친화적이면서 세정력이 뛰어나고 경제적인 대체 세정제 및 대체 세정 공정을 개발, 적용 하고자 하고 있다[1].

친환경적이고 경제적인 대체 세정제를 개발하여 적용하기 위해서는 세정제의 세정성, 환경성, 경제성을 평가하여 체계적인 선정 절차에 의거하여 도입 적용하여야 한다. 이러한 선정 절차 중에서 세정제의 세정성능을 평가하기 위한 방법으로 지금까지 여러 방법들이 알려지고 있으며 업체 또는 기관마다 각기 다른 방법을 적용하여 대체 세정제의 채택이 점차적으로 확산되어 가고 있는 현실점에서 세정제의 성능을 평가할 수 있는 객관적인 세정성 평가방법의 정립이 매우 중요하다[2].

따라서 본 연구에서는 보다 객관적이고 체계적으로 세정성 평가방법을 구축하고자 여러 정밀 분석기기를 활용하여 세정성 평가 실험을 비교 수행하였다. 세정성 평가 실험은 세정 대상물의 표면 상태를 측정하는 OSEE, 접촉각, AFM, 광학현미경 등을 이용한 표면 분석 세정성 평가 방법과 세정 대상물 표면에 잔류한 오염물을 용제로 추출하여 UV/VIS, FTIR, HPLC 등으로 측정하는 추출분석 방법으로 진행하였다.

실험

세정성 평가 실험은 세정 대상물의 표면 상태를 측정하는 OSEE(Optically Stimulated Electron Emission; SQM200, PHOTO EMISSION TECH.,INC., USA)[4], 접촉각측정기(DSA 100, KRUSS, Germany), AFM(SPM-9500S3, SHIMADZU, Japan)[3], 광학현미경(ECLIPSE ME 600, NIKON, Japan) 등을 이용한 표면분석 세정성 평가 방법과 세정 대상물 표면에 잔류한 오염물을 용제로 추출하여 UV/VIS Spectrophotometer(V-530, JASCO, Japan), FT-IR(FTIR4200, JASCO, Japan) HPLC(JASCO HPLC, Japan) 등으로 측정하는 추출분석 방법으로 진행하였다.

OSEE와 접촉각측정기를 이용한 세정성 평가 방법은 일반적으로 사용되는 중량법 평가 방법과 비교 실험을 진행하였고 실험은 스테인리스 시편(SUS304)표면에 오염물(FLUX; abietic acid, Aldrich)을 도포한 후 세정제(PM:ISOL-C=70:30)로 일정 시간 세정을 하고 측정 값을 하여 비교 평가 하였으며 광학현미경을 이용한 실험은 스테인리스 시편(SUS304)표면에 솔더(Solder paste, KOKI Co.)입자를 극소량 도포 후 IPA(2-Propanol, 98%)로 세정하여 세정 전·후 시편에 잔류한 입자수 변화와 입자들의 크기를 측정하였다. 또한 AFM을 이용하여 유리시편을 A 세정제로 etching 전·후의 시편 표면을 scanning하여 Roughness를 측정하였다.

세정 대상물의 표면에 잔류한 오염물을 추출하여 측정하는 방법으로 오염물(FLUX; abietic acid, Aldrich)를 IPA(2-Propanol)에 각각 500, 300, 100, 80, 60, 40, 20ppm을 용해 후 UV/VIS기기는 Response : Medium, Bond width : 2.0 nm, Scanning speed : 1000nm/m, Data pitch : 2.0 nm, Measurement range : 600~200 nm, Lamp exchange WL : 350nm의 실험 조건에서 HPLC기기는 Flow rate : 1.0 ml/min, column temperature : 40°C, Max pressure : 50MPa, column : HiQ sil C18(4.6mmI.D. X 150mmL), Detectors : UV(254nm)의 조건에서 표준 정량 곡선을 작성 후 세정 후 시편에 잔류한 FLUX를 추출하여 각각 측정하였다. 또한 FT-IR은 오염물(Silicon oil, Dowcorning)을 TFES(Trifluoroetoxy-trimethylsilane)에 각각 10, 20, 30, 50, 100ppm을 용해하여 측정 후 표준 정량곡선을 만들어 세정 후 시편에 잔류한 Silicon oil을 추출하여 측정 하였다.

결과

Fig. 1~7은 세정성 평가 방법에 대한 실험을 진행한 결과이다. Fig. 1에서 보는 바와 같이 FLUX세정에 있어서 OSEE는 중량법에 비해 오차가 매우 적은 것을 확인할 수 있었고 실험이 간편해 측정시간이 짧다는 장점을 가지고 있다. 하지만 UV를 반사하거나 투과하는 등 UV에 영향을 주는 입자가 포함된 오염물이거나 피세정물이 유리인 경우는 측정이 어려워 모든 오염물에 적용하기는 어려울 것으로 판단되었다. 또한 Fig. 2에 FLUX의 세정 시간에 따른 접촉각의 변화를 OSEE와 비교해 나타내었다[4]. 세정 전 접촉각은 높았으나 세정 시간에 따라 접촉각이 감소함으로써 시편 표면이 깨끗해지는 것을 알 수 있었다.

광학현미경을 이용한 solder 세정성 평가 실험을 진행하여 Fig. 3에서의 결과와 같이 세정 후 시편에 존재하는 입자수가 많이 줄어 든 것을 확인할 수 있었으며 AFM을 이용한 glass etching 평가 방법은 Fig. 4에서 보는 바와 같이 시편 표면을 nm단위로 측정하여 표면의 Roughness를 미세하게 관찰할 수 있었으며, 결과 또한 2D, 3D화면으로 나타나기 때문에 미세한 피세정물의 세정 정도를 정확히 할 수 있는 장점이 있으나 원자 반발력의 원리를 이용하였기 때문에 수분과 정전기에 매우 민감한 단점이 있다[3]. 세정대상물 표면의 오염물을 추출하여 UV/VIS기기와 HPLC기기에 의한 측정 결과를 각각 Fig. 5와 Fig. 6에 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이 FLUX 측정 표준곡선의 R^2 값이 각각 99.58, 99.98%로 표준 정량 곡선을 이용하여 시편에 잔류한 오염물의 미지 농도를 ppm order로 측정 할 수 있었다. FT-IR은 기기에 의한 Silicon oil 측정결과는 Fig. 7에 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이 849.49cm⁻¹의 Si-O 결합, 1301.72cm⁻¹의 C-O 결합 Peak를 이용해 R^2 값이 99.87%의 표준정량곡선을 얻을 수 있었으며 이를 이용해 시편에 잔류한 오염물의 미지 농도를 수 ppm~100ppm까지 측정할 수 있었다.

결론

본 연구에서는 세정 대상물의 표면 상태를 측정하는 OSEE, 접촉각, AFM, 광학현미경

등을 이용한 표면분석 세정성 평가 방법과 세정 대상물 표면에 잔류한 오염물을 용제로 추출하여 UV/VIS, FTIR, HPLC 등으로 측정하는 추출분석 방법 등의 여러 정밀 분석기기를 활용하여 세정성 평가 실험을 비교 수행하여 보다 객관적이고 체계적으로 세정성 평가 방법을 구축하고자 하였다.

앞으로 반도체, LCD, 정밀 부품 산업의 빠른 기술 발전에 따라 세정성 평가 방법 또한 보다 표준화되며 신뢰성 높고 빠르고 정확한 정밀 분석기기를 활용한 세정성 평가 방법의 도입이 필요하며 이에 대한 지속적인 연구가 있어야 할 것이다.

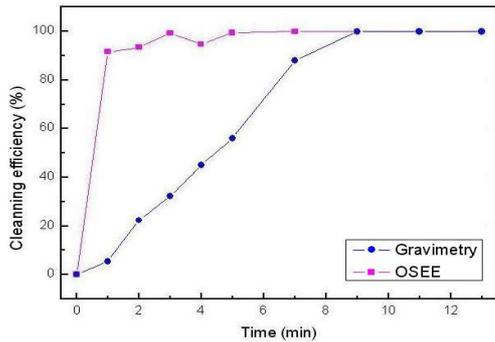


Fig. 1. Comparison of FLUX cleaning efficiency measurement by OSEE and gravimetric method

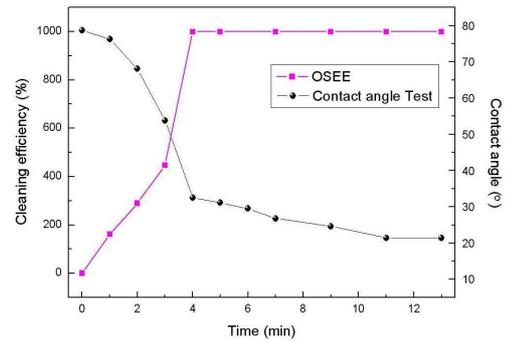
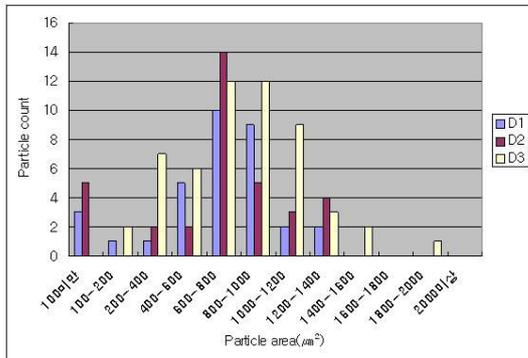
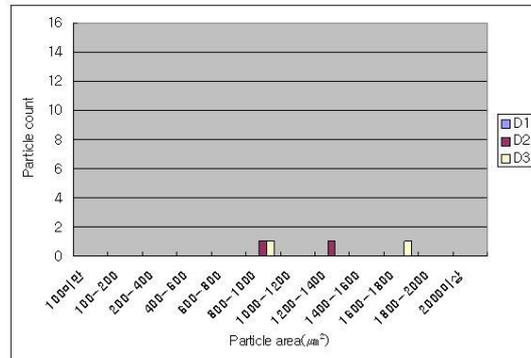


Fig. 2. Comparison of FLUX cleaning efficiency measurement by OSEE and contact angle method

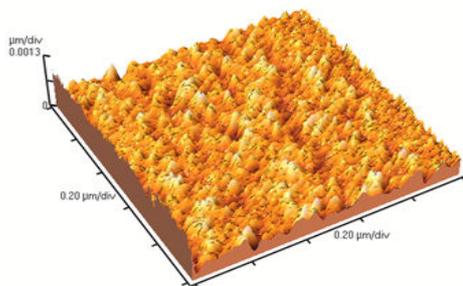


(a) before cleaning

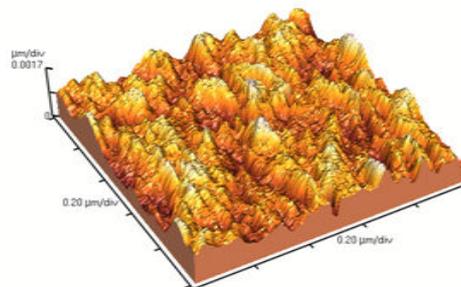


(b) after cleaning

Fig. 3. Particle count results by optical microscope before and after solder cleaning by IPA



(a) before cleaning



(b) after cleaning

Fig. 4. AFM measurement results before and after glass etching by a cleaner

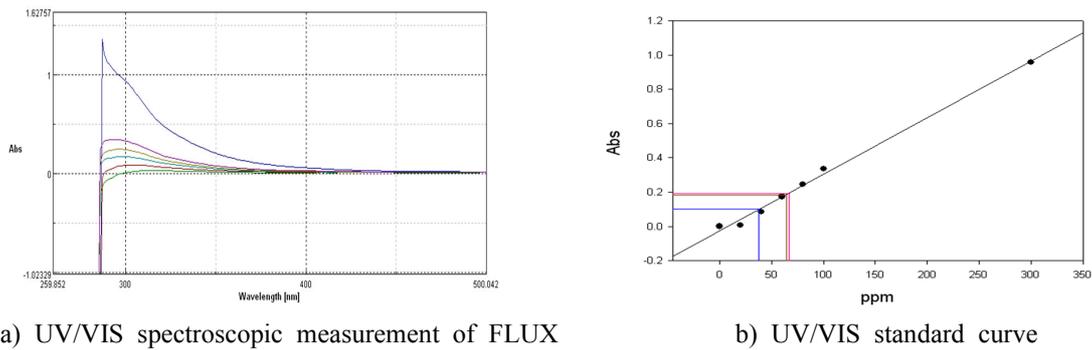


Fig. 5. FLUX measurement by UV/VIS Spectrophotometer

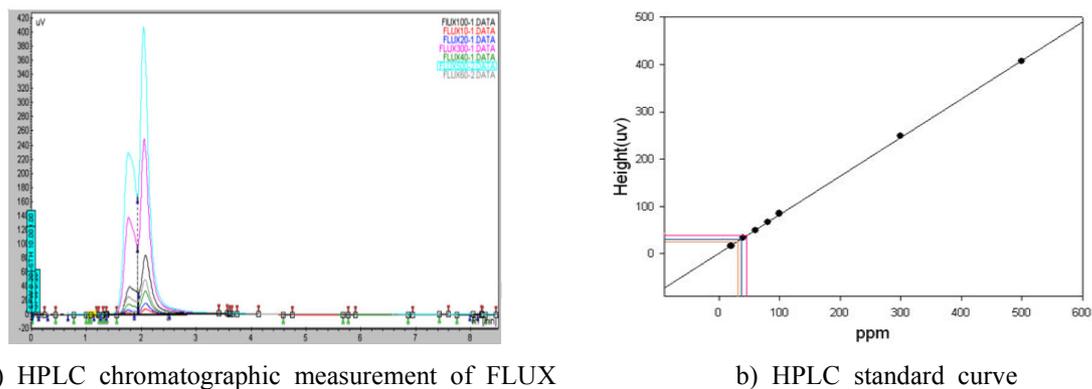


Fig. 6. FLUX measurement by HPLC

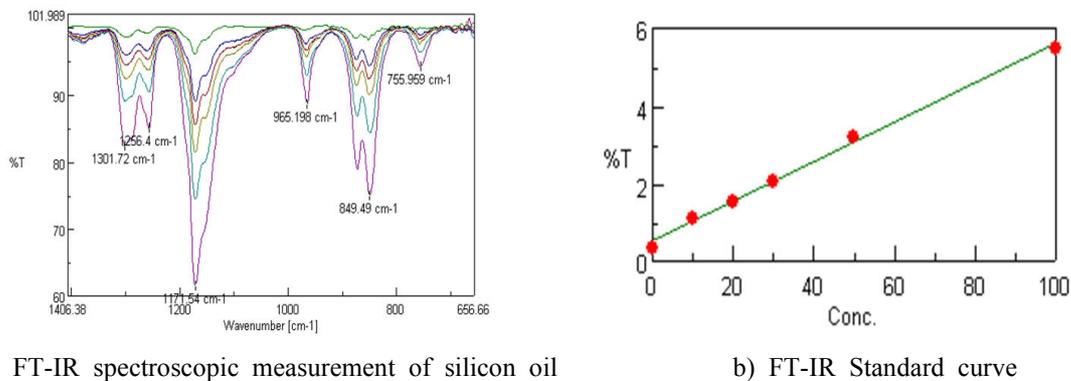


Fig. 7. Silicon oil measurement by FT-IR spectrometer

참고문헌

1. Shin M. C., "A Study on Field Application and Cleanliness Evaluation of Alternative Cleaning Agents", Master's Thesis, University of Suwon(1999)
2. Song A. L., Bae J. H, "A study on Cleanliness Evaluation Methods and Property of Industrial Cleaning Agents", Fall Conference on The Korea Society of Clean technology, Suwon(November, 2006)
3. M. K. Chawla, "Contribution to the Cleaning of Surfaces Session at the ASM Materials Solutions", Conference held in St Louis, MO, USA on (October, 2000)
4. OSEE (Optically Stimulated Electron Emission), SQM200, PHOTO EMISSION TECH., USA) Manual.