

# 산업세정 청정도 평가방법

2006년 2월 16일

배재흠

수원대학교 화공생명공학과

# 세정성 평가 방법

## 1. 일반 평가법 (General Techniques)

### ① 중량법(gravimetric test)

- ✓ 세정 전후에 부착된 오염물 무게 변화를 측정하여 세정성 평가
- ✓ 세정효율(또는 오염물 제거율)은 다음식으로 표시

$$\text{세정효율(\%)} = \frac{\text{세정전 오염물 무게} - \text{세정후 오염물 무게}}{\text{세정전 오염물 무게}} \times 100$$

- ✓ 중량법 시행시 주의사항
  - 온도, 습도 등의 차이에 의한 오차를 막기 위하여 시편의 온도와 전자저울의 온도가 같도록 하여 측정한다.
  - 정확한 측정을 위하여 감도(sensitivity)가 0.1mg이하 되는 전자저울을 사용하여 5개의 시편 측정치의 평균값으로 한다.

## ② 접촉각법(contact angle test)

- ✓ 시편 위에 뷰렛으로 떨어뜨린 물방울과 시편과의 접촉각, 또는 물방울의 직경크기를 비교함으로써 청정도 평가
- ✓ 재질에 따라 접촉각이 다르지만, 같은 재질일 경우, 물방울의 직경이 클수록, 접촉각이 작을수록 청정도 증가
- ✓ 정확한 측정을 위해서는 접촉각 측정장치가 필요하지만 현장에서는 물방울의 크기나 직경을 비교하여 상대적으로 청정도 비교 가능
- ✓ 접촉각 측정법의 문제점
  - i) 평활한 평면의 청정도 평가에 적용
  - ii) 알칼리나 계면활성제가 표면에 잔류 흡착에 의하여 겉보기 접촉각의 저하 가능성

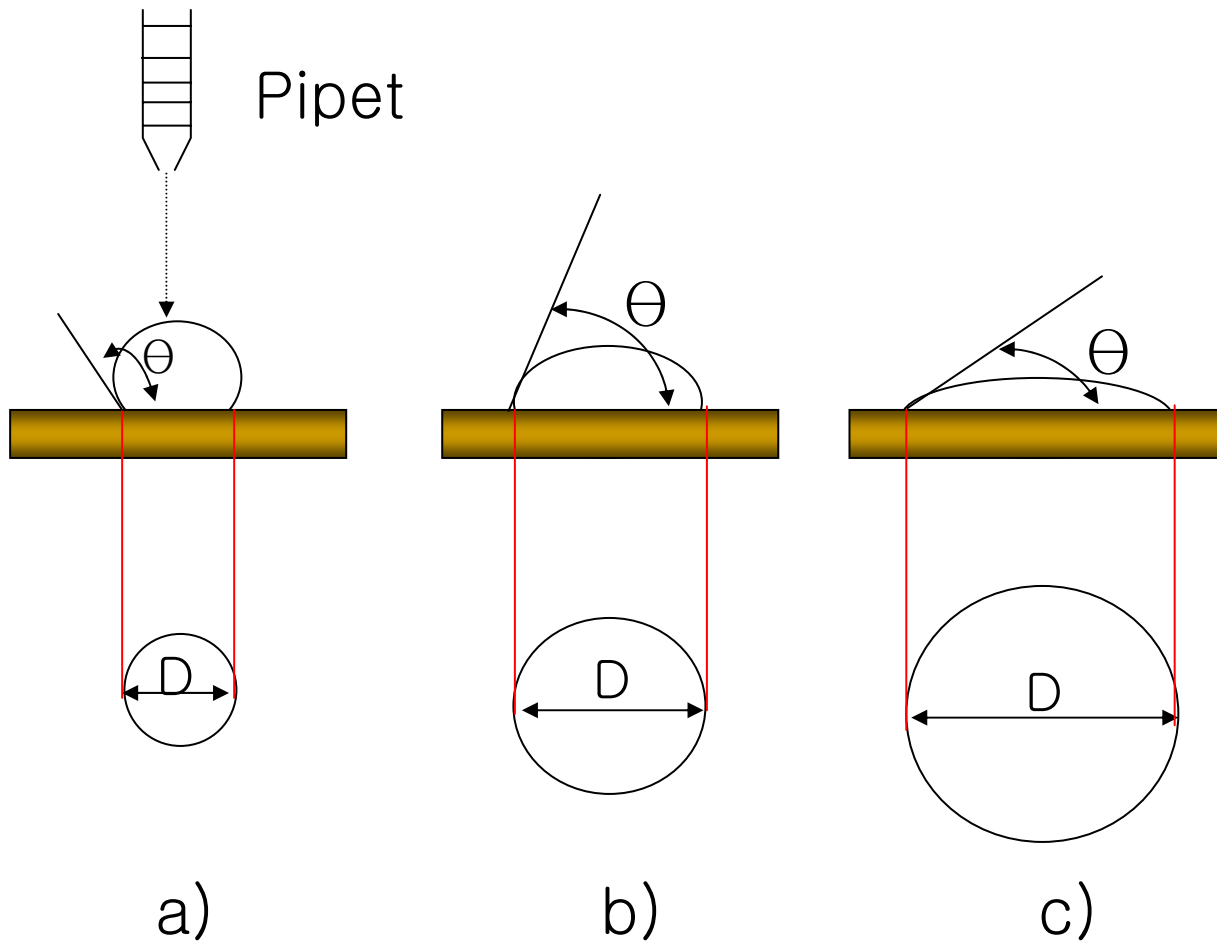


Figure 2. Example results from the contact angle test.

Table 1. 물방울의 여러 접촉면에서 접촉각

물 질	접촉각 (degree)	물 질	접촉각 (degree)
파라핀	105~108	백 금	10
스레아린산	106	금	4~6
올레인산	80	철	5
폴리스타이렌	107	실리케이트	0~10
폴리에틸렌	88	유 리	0~5

### ③ 닦아내기법(wiping test) / 접착테이프법(scotch tape)

- ✓ 시편표면을 시험포 또는 테잎을 사용하여 오염물을 닦아낸 후 이들의 상태를 보고 세정성 평가

### ④ 물방울법

- ✓ 접촉각 측정법의 응용 방법으로써 시편 표면에 뷰렛으로 일정 크기의 물방울을 떨어뜨려 물방울의 직경의 크기와 형태에 따라 청정도 평가
- ✓ 물방울의 직경이 크고 완전한 원형인 경우 청정하고 직경이 작으며 불규칙한 형태는 기름 오염물이 존재하는 것으로 평가  
(PS 등 소수성 피세정물 대상)

## ⑤ 수막법 / 물분리법

- ✓ 세정한 표면에 물을 침적시키고 이를 꺼내어 세정 표면의 수막 (water film) 상태를 관찰
- ✓ 수막이 연속적이면 세정이 양호하고 깨어지면 불량
- ✓ 가장 간편한 세정성 평가법이지만 정밀도가 떨어짐

## ⑥ 분무법(spray pattern test)

- ✓ 건조한 시편 표면에 물방울을 분사시켜 물방울의 운동상태에 따라 세정성 평가
- ✓ 시편 표면이 깨끗할 경우 미립자상의 물방울은 넓게 확장되고 표면에 균일하게 흐를 것임

## 2. 정밀분석기기에 의한 측정방법 (Laboratory Techniques)

### 1) 세정대상물 표면을 직접 관찰하는 방법

#### ① 전자현미경에 의한 측정

- ✓ 대상물 표면의 미세한 상태,  $\mu\text{m}$ 이하의 미립자 오염 계측 가능

#### ② 광산란에 의한 측정

- ✓ He-Ne 레이저를 조사하여 대상물 표면의 미립자를 계측
- ✓ 표면이 평활한 경우  $0.3\sim 0.2\mu\text{m}$  정도의 미립자 식별 가능

#### ③ 각종 표면 분석기기에 의한 방법

- ✓ 대상물 표면 또는 표층을 조사한 전자파, 전자, 이온 등에 의한 영향을 조사하여 표면 또는 표층의 분자나 원자의 분포 상태를 계측



- ✓ 오염물의 정성적, 정량적 초정밀 측정 가능
  - 광전자분광계 (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis (ESCA) or X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS))
    - i) X선을 조사하여 발생하는 광전자의 운동에너지를 측정하여 분석
    - ii) 화학구조 결합, 산화상태 정보제공
    - iii) 유기화합물 확인에 유용
  - Auger 전자분광법 (Auger Electron Spectroscopy (AES))
    - i) 전자 beam을 조사하여 발생하는 Auger전자를 측정하여 분석
    - ii) 표면오염의 원소분석에 매우 유용 : 반도체 표면 분석에 적합

- 2차이온 질량분석계 (Secondary Ion Mass Spectroscopy (SIMS))

- i) 이온 beam을 조사하여 발생하는 이차 이온의 질량을 직접 분석
- ii) Static type : 표면의 유기막 오염물원소 분석(ppm level)에 유용
- iii) Dynamic type : 표면의 오염물질의 신속 분석

- FTIR (Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy)/ATR

- i) 표면 오염물 중의 기능성기를 분석
- ii) 정량적 분석 가능

- SEM / EDX

- i) 고배율로 표면의 3차원 현상 관찰
- ii) 기본물질과 오염물질의 peak 강도 비교로 오염물질의 정량화 가능

- OPC (Optical Particle Counter)

표면 위의 입자 크기 및 분포 측정

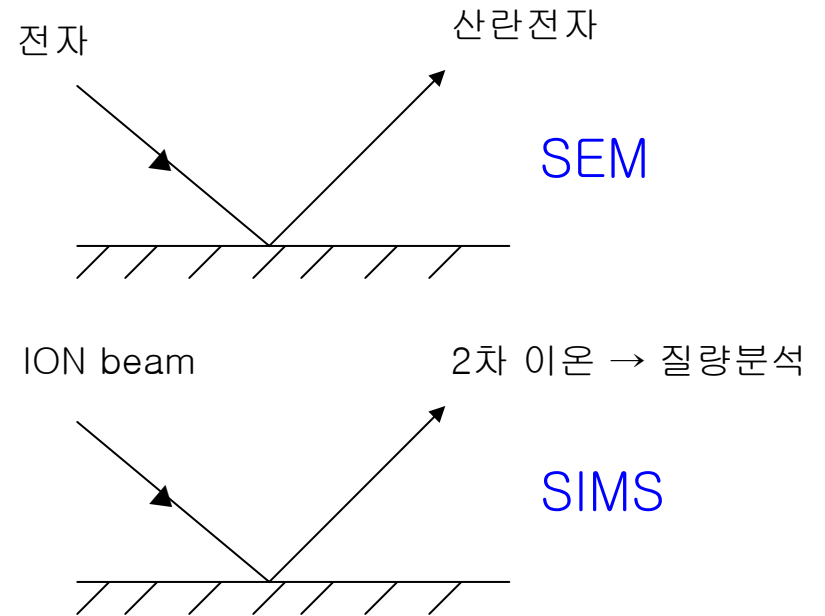
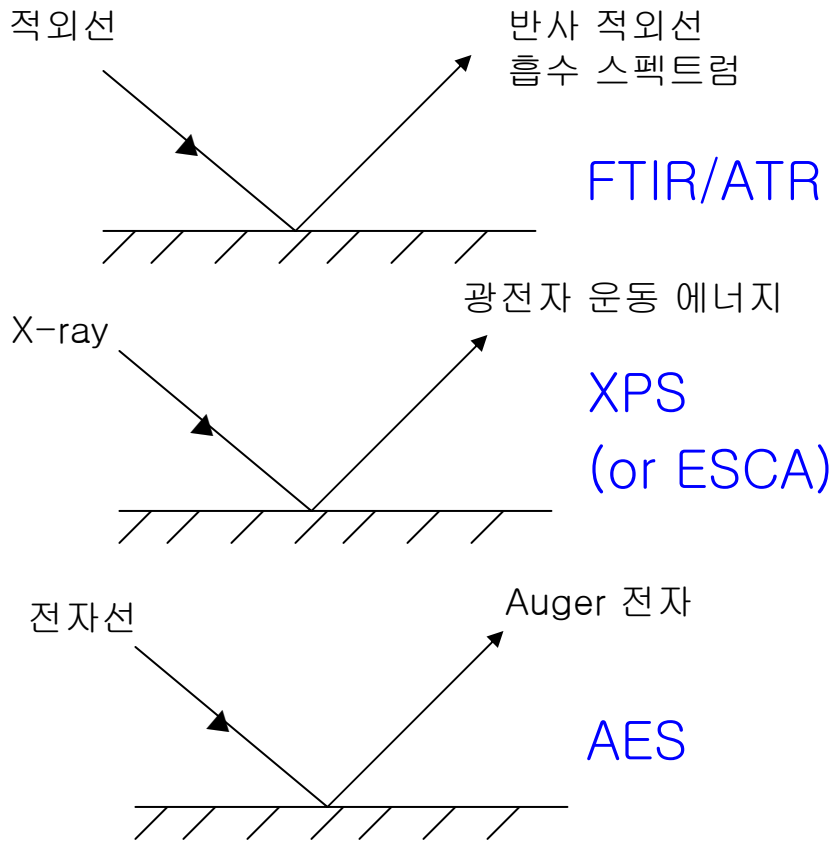


Figure 3. Surface analyzer.

## 2) 세정대상물 표면의 오염물을 추출하여 측정

대상물 표면의 오염물을 물, 유기용제 등을 이용하여 완전 추출 제거 시킨 후 추출액을 정성 또는 정량 분석

### ① TOC

✓ 오염물의 전체 탄소함량 측정

### ② UV, FTIR

✓ 오염물 중의 유기물 함량 또는 작용기 분석

✓ 오염물의 흡수 파장에 따라 제한적으로 사용

### ③ HPLC, GC

✓ 오염물 중의 유기물 종류 및 함량 분석

✓ HPLC – 고비점 화합물, GC – 저비점 화합물

#### ④ IC (Ion Chromatography)

- ✓ 오염물 중의 이온화합물의 정성, 정량 분석

#### ⑤ 전기저항측정법(오메가 미터법)

- ✓ 이온 잔사에 따른 청정도 시험
- ✓ 추출액(IPA 75%, 순수 25%)의 전도도를 측정하여 이온 성분량에 상당하는 NaCl 환산량으로 판단
- ✓ 극부적인 오염물 잔류상태 평가 불가

## Evaluation of cleanliness (UV analysis method)

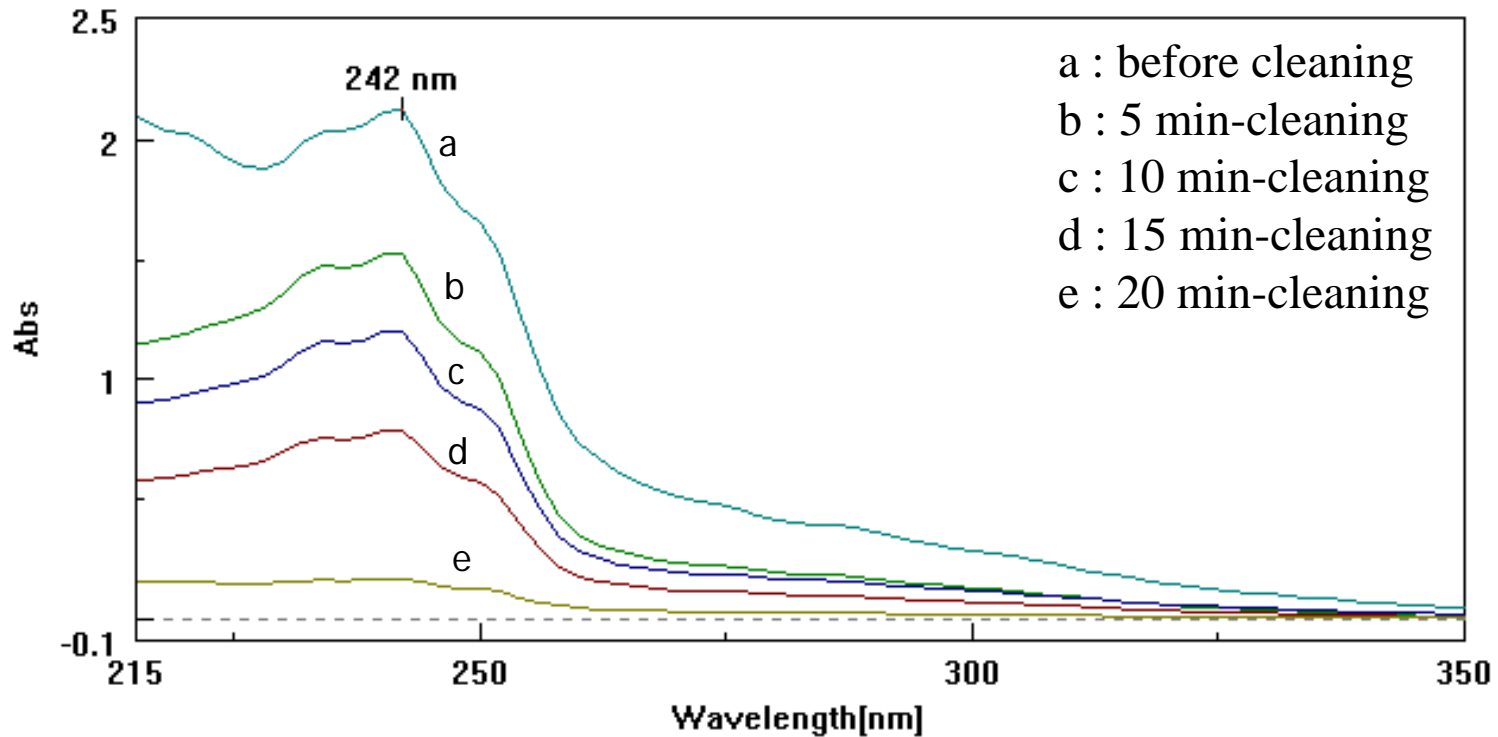


Figure 4. UV analysis of residual flux on the substrate after cleaning by N-58 as a function of cleaning time.

# Evaluation of cleanliness (IR analysis method)

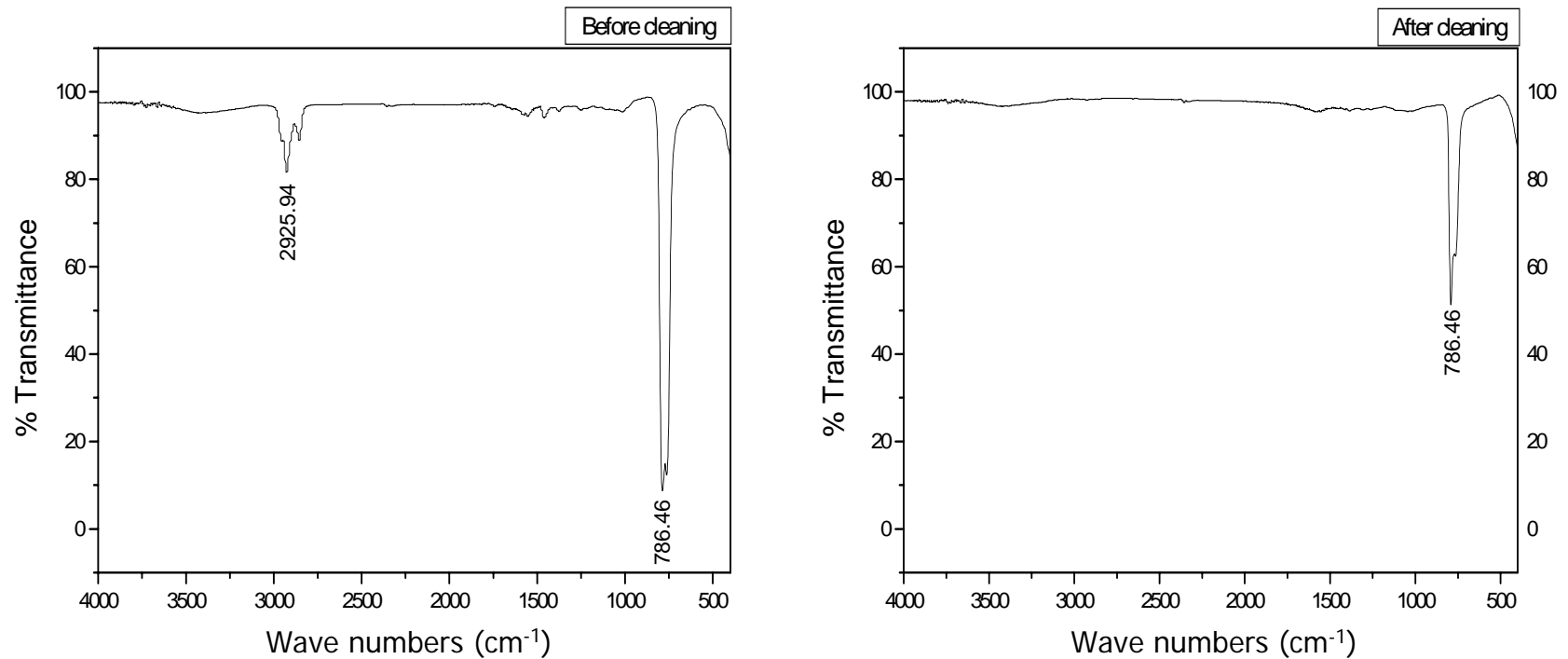


Figure 5. IR analysis of residual cutting oil on the substrate after cleaning by N-58 as a function of cleaning time.

### 3) 추적자법 (tracer method)

추적자를 함유한 인공 오염물을 부착한 대상물을 세정하여 추적자의 잔류 농도로 분석, 세정력과 청정도를 정량적 평가

#### ① 방사선 추적자법(MESREN)

- ✓ 방사능 동위원소(isotope)를 오염물질과 혼합하여 시편에 도포하고 세정후 잔류 방사능을 측정하여 세정성 평가
- ✓ 방사능 취급의 제약으로 실용성이 적음

#### ② 형광법 (florescence test)

- ✓ 형광염료를 오염물질과 혼합하여 시편에 도포하고 세정후 UV램프를 조사함으로써 형광을 띠는 발광 면적량을 측정하여 세정성 평가



#### 4) 피막 판정법

- 세정 후 시료표면에 피막을 형성시켜 피막의 강도 및 현상으로부터 청정도 판정
- 유리 금속 표면에 오염물이 미량이라도 잔류할 경우, 피막의 강도가 약해지고 불균일하게 되는 현상 이용

##### ① 진공증착법

- ✓ 아연 등의 진공증착 초기막의 부착강도 또는 상태로부터 청정도 판정
- ✓ 유리 등 표면의 청정도 판정에도 이용

##### ② 황산동액법(Nielsen test)

- ✓ 황산동 수용액 중에 시편을 단시간 침적시켜 생성되는 동피막의 부착강도 또는 상태로부터 청정도 판정
- ✓ 현장에서 철강 표면의 청정도 판정에 이용할 수 있는 간편한 방법

### ③ 도금 / 도장법

- ✓ 세정을 완료한 시편을 도금 또는 도장작업을 수행하여 도금, 도장상태를 보고 세정 적합성 평가
- ✓ 도금성, 도장성, 접착력, 부식성 등 시험

### 5) 표면 절연 저항 시험

- 전자회로의 전극 패턴간 절연 저항 또는 migration 발생 유무를 시험하는 분석방법
- 전극에 규정된 전압을 인가하면서 고온, 고습 하에 일정 시간 보관 후 표면저항 측정 : 시험편 제작방법, 시험 조건에 따라 차이

## 6) OSEE (Optically Stimulated Electron Emission)

- ✓ UV 빛을 표면의 오염물에 비추어 방출되는 전자를 분석  
: 오염물 두께가 클수록 방출되는 전자(전류)가 적다.
- ✓ Sensitivity : 1~10 mg/ft<sup>2</sup>
- ✓ Easy to use, relatively inexpensive and rapidly evaluated
- ✓ Not require highly trained personnel
- ✓ Enable to distinguish oil and oxide contamination

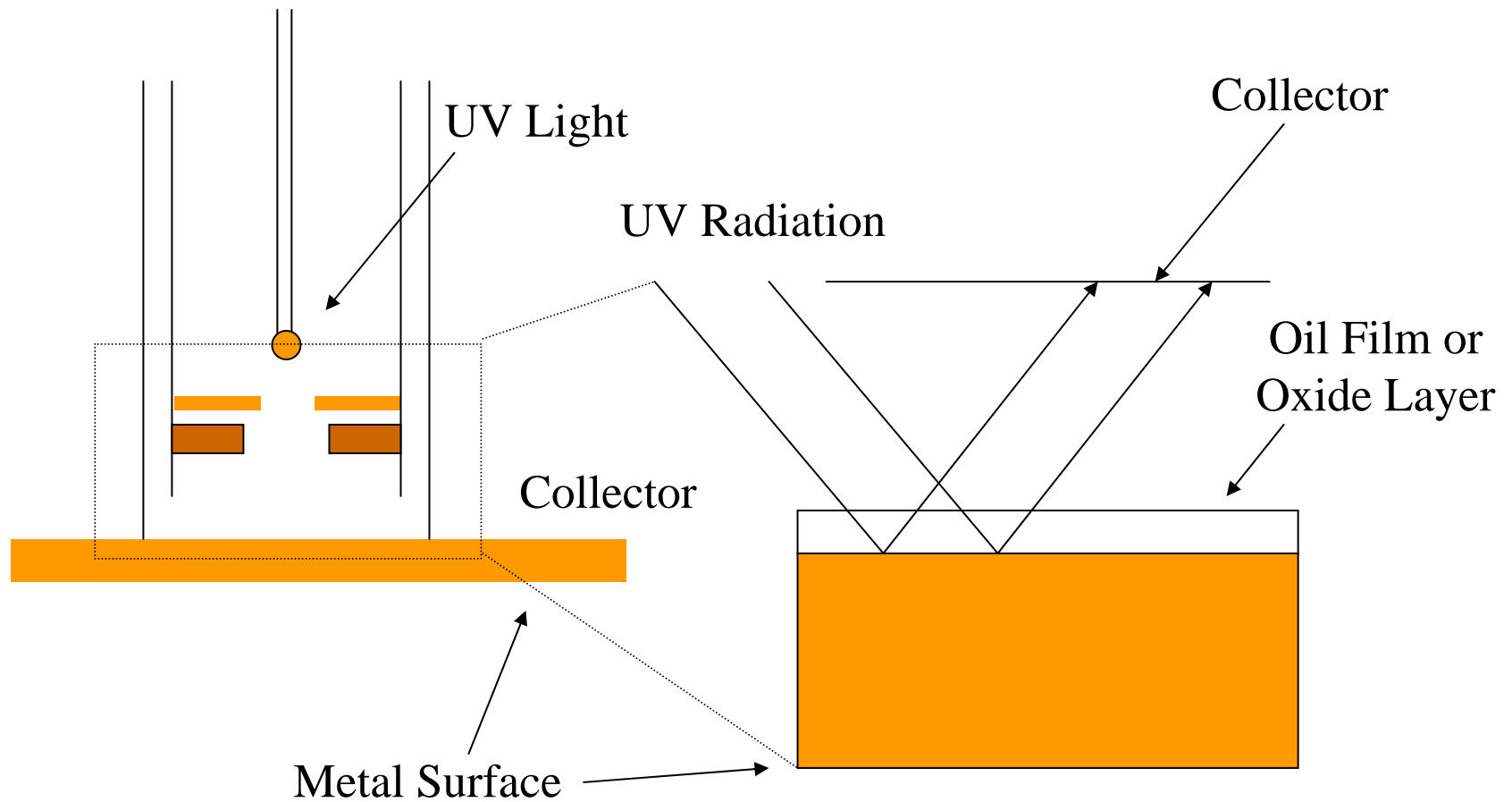


Figure 6. Diagram of Optically Simulated Electron Emission(OSEE) method.

# Table 2. Comparing Salient Features of Various Methods of Cleanliness Verification/Measurement

Methods	Type of Soils Detected	Part Geometry Limitation	Non-contact	Area Inspected	Limitations
NVR	Organic	Some	No	Limited	Generally small parts
UV	Some organic	Yes	Yes	No limit	Fluorescing contaminants only
OPC (Optical particle Counter)	Particulate	Yes	No	No limit	Large particle contamination only
Optical Microscope	Organic	Yes	Yes	No limit	Only gross level of contamination detected
Black light	Some organic	No	Yes	No limit	Only fluorescing gross contaminants
Water break test	Organic	Some	No	No limit	Only detects hydrophobic contaminants
Contact angle	Organic	Flat surface	No	Small	Only detects hydrophobic contaminants
OSEE	Organic and inorganic	No	Yes	No limit	Does not detect inorganic contamination
MESREN	Organic	Flat surface	No	Limited	Does not detect inorganic contamination
DOCC(Direct Oxidation Carbon Coulometry )	Organic	No	Yes	Limited	Subject the part to high temperature

# Table 3. Surface Analysis Techniques for Cleanliness Evaluation

Techniques	Probe Beam	Analyzed Species	Analysis Depth	Spot Size	Element Sensitivity		Comments
					Range	Threshold	
SIMS-statics	$^{69}\text{Ga}^+$ ions	Ions	1-3 monolayers	$\geq 0.01 \mu\text{m}$	10,000 amu H to U	ppm	Very sensitive, nondestructive, few monolayers
SIMS-dynamic	$\text{O}_2^+$ ions $\text{Cs}^+$ ions	Ions	10-300 Å + Profile	$> 30 \mu\text{m}$	H to U	ppb-ppm	Depth profiling (deep or indiffused contamination)
ESCA (XPS)	X-rays	Photo-electrons	$\sim 30 \text{Å}$	$10 \mu\text{m} - 2 \text{mm}$	LI to U	0.01-1 atom%	Quantitative, chemical environ. oxidation state
AES	Electrons	Auger electrons	$\sim 30 \text{Å}$	$\geq 0.02 \mu\text{m}$	Li to U	0.1-1 atom%	Quantitative, small spot size
SEM/EDS	Electrons	Electrons/ X-ray	5,000-30,000 Å	15-50 Å ( $> 30 \mu\text{m}$ For EDS)	B to U	0.1-1 atom%	Microimaging element analysis
FTIR/ATR	Infrared light	Infrared light absorption	1,000-10,000 Å	$> 30 \mu\text{m}$	Molecular bonds	0.1-1 wt%	Identifies organics and polymers

# 세정성 평가 시 시료(sample) 채취 방법

## 1. 일정량의 시료를 선택하여 측정

- ✓ 같은 종류이며 다수의 소형 대상물의 세정에 적합한 방법
- ✓ 세정 대상물을 일정량 선택하여 청정도를 측정하고 이의 결과로부터 전체의 청정도(cleanliness)를 판정
- ✓ 선택된 시료수가 많을 수록 정밀도가 높아지며 전체의 시료를 대표할만한 시료를 취하여야 함

## 2. 대상 오염물을 한정하여 측정

- ✓ 청정도에 가장 영향이 큰 오염물을 한정하여 측정
- ✓ 일반적으로 기계부품의 탈지세정 등에 적용(油性 오염에 중점)

### 3. 최대 오염부위를 표준으로 한 측정

- ✓ 세정대상물 표면에 가장 오염물이 많이 부착되어 있고 또한 단단히 고착되어 있다고 판단되는 부위를 표준으로 하여 측정
- ✓ 이러한 부위에 요구되는 청정도를 얻는다면 다른 부위의 청정도는 충분히 얻어진 것으로 판단함
- ✓ 대형 대상물 및 플랜트(plant) 세정에 많이 이용



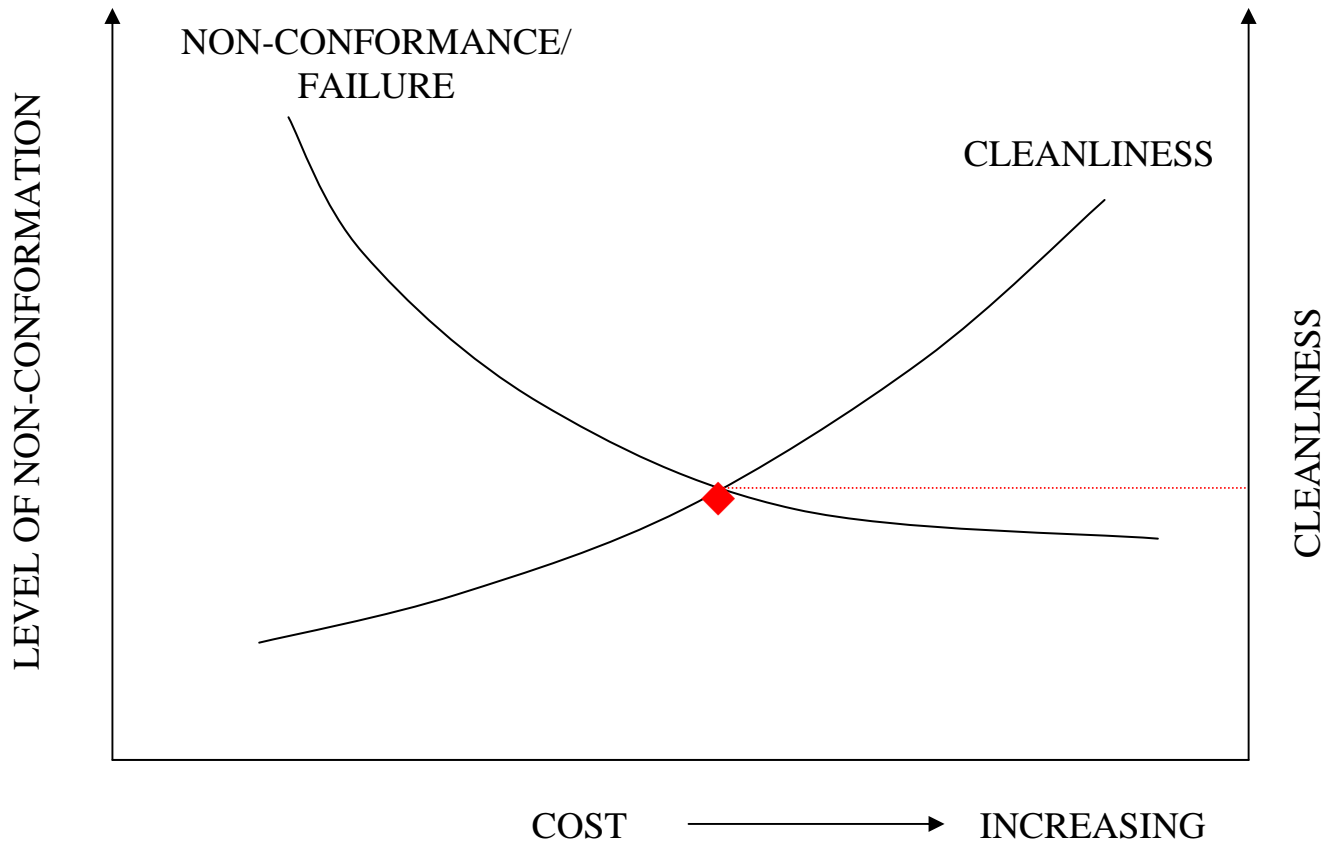


Figure 7. Optimum level of cleanliness

# 수원대학교 세정성 평가 관련 보유 장비

순번	장치명	모델 및 제조업체	사 용 용 도
1	SEM	D/MAX 2C / RIGAKU (Japan)	• 박막 및 분말상 시료의 결정구조, 결정구조, 결정크기, 배향성 측정
2	SEM/EDS	JSM-5200 / JEOL (Japan)	• 1의 SEM과 동일 • 표면오염물의 금속 및 무기 원소 중량 분석
3	ICP-MS	ICP-MS / HEWLETT PACKARD (U.S.A)	• 액상물질에 함유된 미량의 무기원소 분석 (ppb level)
4	XRF	SRS 3400 / BRUKER AXS (GEMANY)	• 무기물, 유기물, 분진, 토양 등 고체물질에 함유된 원소 분석
5	AA	GBC 932 AA (Australia)	• 액상에 함유되어 있는 금속 농도 분석 (ppm level)

순번	장치명	모델 및 제조업체	사 용 용 도
6	AFM	<b>SPM-9500J3/ Shimadzu (Japan)</b>	• 고체시료 표면 분석
7	TGA/DTA	NETZSCH STA 409 (Germany)	• 무기 및 유기화합물의 열분해 과정 분석 • 융점, 비점, 결정전이, 유리전이 등의 상 변화 분석 • 비열, 반응열 및 전이열의 정량분석
8	HPLC	JASCO 1500 series (Japan)	• 분자량이 큰 유기물질 정성·정량 분석 및 추출
9	GC/MS	HP 6890 Plus GC / HP 5973 MSD / Hewlett Packard (U.S.A)	• 화장품, 농약, 의약품, 식품 중의 극미량 성분의 분리 및 구조 분석 • 석유제품내의 복잡한 탄화수소류의 분석 • 수질 및 토양의 VOC 분석
10	<b>Polarization microscope</b>	<b>ECLIPSE ME 600/Nikon (Japan)</b>	• 고체표면 현상 분석 (배율 : 1000배)
11	UV	V-530/Jasco (Japan)	• 절삭 가공유 함량 분석

순번	장치명	모델 및 제조업체	사 용 용 도
11	Flash point tester	17-06-1973/ Grabner Instruments (Austria)	• 유기 용제의 인화점 측정
12	Vapor pressure tester	AVP-30D/ TANAKA SCIENTIFIC Limited (Japan)	• 유기 용제의 증기압 측정
13	FT-IR/ATR	FT/IR-4200/JASCO (Japan)	• 유기물질의 정성·정량분석
14	입도 분석기	Mastersizer Microplus / Malvern Instrument Ltd. (U.K)	• $\mu\text{m}$ range 입자 크기의 입도 분포 측정
15	Zeta Sizer	Zeta sizer 3000 HS / Malvern Instrument Ltd. (U.K)	• 효율적 응집, 분산을 위한 제타 전위 측정 • 나노 입자의 입도 크기 및 분포 파악
16	TOC	Phoenix 8000 / Tekmar-DOHRMANN (U.S.A)	• 액상화합물 중의 탄소 성분 (유기물) 함량 분석
17	Contact Angle Meter (Goniometer)	DSA10 / KRUSS (Germany)	• 고체 표면의 물방울 접촉각 측정으로 표면 청정도 분석
18	Surface Quality Monitor(OSEE)	SQM 200 (U.S.A)	• 단시간 내 고체 표면 청정도 분석